(19) 世界知的所有権機関 国際事務局



(43) 国際公開日 2004年11月25日(25.11.2004)

PCT

(10) 国際公開番号 WO 2004/101456 A1

(51) 国際特許分類7:

C03B 37/012.

37/023, 37/027, G02B 6/00

PCT/JP2004/007039

(21) 国際出願番号: (22) 国際出願日:

2004年5月18日(18.05.2004)

(25) 国際出願の言語:

日本語

(26) 国際公開の言語:

日本語

(30) 優先権データ:

特願2003-139732 特願2003-139733

2003年5月19日(19.05.2003) ΤP 2003年5月19日(19.05.2003)

(71) 出願人(米国を除く全ての指定国について): 住友電 気工業株式会社 (SUMITOMO ELECTRIC INDUS-TRIES, LTD) [JP/JP]; 〒5410041 大阪府大阪市中央区 北浜四丁目5番33号 Osaka (JP).

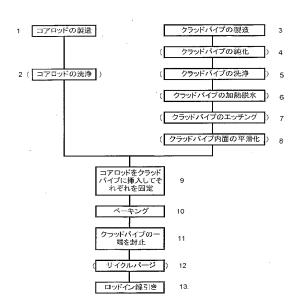
(72) 発明者; および

(75) 発明者/出願人 (米国についてのみ): 大賀 裕一 (OHGA、 Yuichi) [JP/JP]; 〒2248588 神奈川県横浜市栄区田谷町 1番地 住友電気工業株式会社 横浜製作所内 Kanagawa (JP). 大西 正志 (ONISHI, Masashi) [JP/JP]; 〒2248588 神奈川県横浜市栄区田谷町1番地 住友電気工業株式 会社 横浜製作所内 Kanagawa (JP). 嘉数 修 (KASUU, Osamu) [JP/JP]; 〒2248588 神奈川県横浜市栄区田谷町 1番地 住友電気工業株式会社 横浜製作所内 Kanagawa (JP). 加藤 秀一郎 (KATO, Shuichiro) [JP/JP]: 〒2248588 神奈川県横浜市栄区田谷町1番地 住友電気工業株式 会社 横浜製作所内 Kanagawa (JP). 足立 徹 (ADACHI, Toru) [JP/JP]; 〒2248588 神奈川県横浜市栄区田谷町1 番地 住友電気工業株式会社 横浜製作所内 Kanagawa (JP). 佐々木隆 (SASAKI, Takashi) [JP/JP]; 〒2248588 神奈川県横浜市栄区田谷町1番地 住友電気工業株式会 社横浜製作所内 Kanagawa (JP). 平野 正晃 (HIRANO,

[続葉有]

(54) Title: OPTICAL FIBER AND METHOD OF PRODUCING THE SAME

(54) 発明の名称: 光ファイバとその製造方法



- 1...CORE ROD PRODUCTION
- 2...CORE ROD CLEANING 3...CLAD PIPE PRODUCTION
- 4...CLAD PIPE PURIFICATION 5...CLAD PIPE CLEANING
- 6...CLAD PIPE HEATING AND DEHYDRATION
- .CLAD PIPE ETCHING
- 8. CLAD PIPE INNER SURFACE SMOOTHING
- 9...CORE ROD IS INSERTED IN CLAD PIPE AND FIXED INDIVIDUALLY
- ..ONE END OF CLAD PIPE IS SEALED
- 12...CYCLE PURGE
- 13...ROD-IN-DRAWING

(57) Abstract: A core rod is inserted in a clad pipe, and the moisture in a clearance between the core rod and the clad pipe is removed. The clearance is connected to a drying gas atmosphere and/or evacuated so as to heat and integrate them, during which time an optical fiber is drawn. Alternatively, the core rod is inserted in the clad pipe and the moisture on the core rod surface and on the inner surface of the clad pipe is removed, during which time an optical fiber is drawn from one end. Thereby, an optical fiber of high quality is efficiently produced.

(57) 要約: コアロッドをクラッドパイプに挿入し、コア ロッドとクラッドパイプの間の隙間の水分を除去し、隙 間を乾燥気体雰囲気と連結しながら、および/または減 圧して両者を加熱一体化しつつ光ファイバを線引する。 または、コアロッドをクラッドパイプに挿入し、コアロッ ド表面とクラッドパイプ内表面の水分を除去しつつ一端 から光ファイバを線引する。これにより高品質な光ファ イバを生産性よく製造する。



Masaaki) [JP/JP]; 〒2248588 神奈川県横浜市栄区田谷町1番地 住友電気工業株式会社 横浜製作所内Kanagawa (JP).

- (74) 代理人: 中野 稔, 外(NAKANO, Minoru et al.); 〒 5540024 大阪府大阪市此花区島屋一丁目1番3号住 友電気工業株式会社内 Osaka (JP).
- (81) 指定国 (表示のない限り、全ての種類の国内保護が可能): AE, AG, AL, AM, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KP, KR, KZ, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LV, MA, MD, MG, MK, MN, MW, MX, MZ, NA, NI, NO, NZ, OM, PG, PH, PL, PT, RO, RU, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SY, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, YU, ZA, ZM, ZW.

(84) 指定国 (表示のない限り、全ての種類の広域保護が可能): ARIPO (BW, GII, GM, KE, LS, MW, MZ, NA, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), ユーラシア (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), ヨーロッパ (AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HU, IE, IT, LU, MC, NL, PL, PT, RO, SE, SI, SK, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

添付公開書類:

- 一 国際調査報告書
- 請求の範囲の補正の期限前の公開であり、補正書受 領の際には再公開される。

2文字コード及び他の略語については、定期発行される各PCTガゼットの巻頭に掲載されている「コードと略語のガイダンスノート」を参照。

1

明細書

光ファイバとその製造方法

5 技術分野

本発明は光ファイバの製造方法および光ファイバに関する。

背景技術

15

円筒状をなすクラッド用ガラスの内部に、円柱状をなすコア用ガラスを挿入した後、加熱して線引することにより光ファイバを製造する方法が特開2000-233937号公報、WO03/080522、またはWO01/90010に 開示されている。

特開2000-233937号公報に開示された方法では、コア用ガラスの径に対するクラッド用ガラスの外径の比を10以上とするとともにコア用ガラスの径およびクラッド用ガラスの内径の寸法誤差を5μm以内とする。

WO03/080522に開示された方法では、機械加工されて最終寸法とされた外径100mm以上の石英ガラス管にコアロッドを同軸に配置してガラス管とコアロッドとの間の隙間をつぶしながらそれらの下端から光ファイバを線引する。

20 WO01/90010に開示された方法では、コアガラス層の周囲に光学クラッドガラス層を有し、コアガラス層の径に対する光学クラッドガラス層の外径の比が1から2.2の間にあり、かつ深さ10 μ mまでの表面近傍のOH含有量が1重量ppm以下であるコアロッドと、OH含有量が1重量ppm以下のクラッドパイプとを同軸に配置して線引して光ファイバを製造することが開示されてい25 る。

プリフォームロッドとガラス管とをそれらの一端で密封し、他端に真空ポンプを接続して、プリフォームロッドとガラス管との間の隙間を吸引してガラス管を加熱してプリフォームロッドをガラス管にオーバークラッディングさせて光ファイバ母材を製造する方法、あるいはガラス管をプリフォームロッド上にコラプス

10

15

させて光ファイバを線引する方法がWO98/43921に開示されている。

石英管の内側に石英管よりも屈折率の高い合成ガラスを内付けし、これを線引しながら光ファイバを得る方法が特開昭62-3034号公報に開示されている。特開昭62-3034号公報に開示された方法では、石英管の一端を封止し、続いて石英管を加熱しながら石英管の他端から石英管内のガスを吸気して石英管内部の除湿を行い、続いて石英管内部にハロゲンガスまたは水素を含まないハロゲン化物ガスを満たして光ファイバを線引する。

大型石英ガラス管と、コア部とクラッド部のうち光が伝送する部分(光学クラッド部)からなる光ファイバ用コアガラスロッドとをロッドインチューブ法で一体化して大型石英ガラスプリフォームを製造する方法が特開平7-109141 号公報に開示されている。特開平7-109141 号公報に開示された方法では、大型石英管は、外径50~300mm ϕ 、外径と内径の比が1.1~7、厚さ10mm以上、厚さ誤差2m以下、内表面粗さ2m0 mm以下である。また特開平m0 mm以上、厚さ誤差m2 mm以下である。また特開平m3 mm以上、厚さ誤差m4 mm以下である。また特別平m5 mm以上、厚さ誤差m6 mm以上、内表面粗さm7 mm以上、厚さ誤差m7 mm以上、内表面粗さm8 mm以下である。また特別平m9 mm以下である。また特別平m9 mm以下である。また特別平m1 mm以上、厚さ誤差m2 mm以上、内表面粗さm2 mm以下である。また特別平m3 mm以上、厚さ誤差m3 mm以上、内表面粗さm4 mm以下である。また特別平m5 mm以上、厚さ誤差m6 mm以上、内表面粗さm7 mm以下である。また特別平m7 mm以下であるとされている。

特表2002-501871には、ロッドを管内に位置させ、ロッドと管の間に環状の空隙を提供し、管の一端をつぶし、環状の空隙に対して真空を付与し、管の他端をつぶす光ファイバプリフォームの製造方法が開示されている。

一般に光ファイバでは伝送される光のうち相当部分が光学クラッド部にまでし み出しており、コアとクラッドの間の界面や光学クラッド部に存在する不純物や 不整は伝搬する光の損失の増加や機械強度の低下などの原因となり、光ファイバ の特性に多大の影響を及ぼす。そのため光ファイバのコアに相当する部分(コア 部分)を単独で合成することは一般的ではなく、特にシングルモード光ファイバ を製造する場合には、コア部分の周囲に所定量の光学クラッド部をもち、光学ク ラッド部とコア部分との径の比が、3以上、5以下となるように両者を同時に形 成した上で、さらにその周囲に残りのクラッド部分を形成することで、光学クラッドとその周囲のクラッドとの界面やその近傍に不純物や不整が存在しても光ファイバの特性に影響を与えないようにして製造されている。

一方、一般に光ファイバのコア部分は精密に屈折率プロファイルを制御する必

3

要があり、その合成にはクラッド部分の合成に比べてコストおよび製造時間がかかる。このようにコア部分と光学クラッド部を同時に形成する場合には、光学クラッド部についてもコアと同程度のコストでしか製造できない。

5 発明の開示

20

25

本発明の目的は、低損失かつ生産性に優れた構造をもつ光ファイバとその製造 方法を提供することである。

目的を達成するため、コアロッドをクラッドパイプに挿入し、加熱一体化しつつ線引することを含む光ファイバの製造方法が提供される。この製造方法は、コアロッドをクラッドパイプ内に挿入する工程、コアロッド表面とクラッドパイプ内表面の水分を除去する工程、クラッドパイプの少なくとも一端を封止する工程、および、コアロッドとクラッドパイプの間の隙間を乾燥気体雰囲気と連結しながら、および/または減圧した状態で、一端から線引して光ファイバとする工程を有する。

15 本明細書において、「コアロッド」は、光ファイバのコアに相当する部分(コア 部分)のみからなるものだけではなく、コア部分の周囲にコア部分よりも屈折率 が小さいクラッド部の一部(以下第一クラッド部と称す)を有するものも含む。

水分を除去する工程では、隙間を乾燥気体雰囲気と連結しながら、および/または減圧しながら、コアロッドとクラッドパイプを加熱してもよい。また、水分を除去する工程は、隙間を乾燥気体雰囲気と連結しながら、および/または減圧しながらコアロッドとクラッドパイプを加熱する第一副工程と、隙間をハロゲンガスまたはハロゲン化合物ガスを含む乾燥気体雰囲気に保ちながらコアロッドとクラッドパイプを加熱する第二副工程を含んでもよい。クラッドパイプの少なくとも一端を封止する工程は、クラッドパイプの一端を封止し、さらに隙間を減圧しながらクラッドパイプの他端を封止する工程であってもよい。

コアロッドをクラッドパイプに挿入し、加熱一体化しつつ線引することを含む 別の光ファイバの製造方法が提供される。この製造方法は、コアロッドをクラッドパイプ内に挿入する工程、クラッドパイプの少なくとも一端を封止する工程、 および、コアロッドとクラッドパイプの間の隙間を乾燥気体雰囲気と連結しなが

4

らコアロッドとクラッドパイプを加熱して、コアロッド表面とクラッドパイプ内表面に付着する水分を除去しつつ一端から光ファイバを線引する工程を有する。 クラッドパイプの少なくとも一端を封止する工程では、隙間を乾燥気体雰囲気と連結し、かつ減圧してもよく、コアロッドとクラッドパイプとを一端において一体化する工程を含んでもよい。

いずれの製造方法においても、コアロッドの端に支持部材を接続する工程をさらに有し、クラッドパイプの少なくとも一端を封止する工程は支持部材とクラッドパイプとを端部において一体化させる工程を含んでもよい。クラッドパイプの端に支持パイプを接続する工程をさらに有し、クラッドパイプの少なくとも一端を封止する工程はコアロッドと支持パイプとを一体化させることにより一端を封止してもよい。コアロッドの端に支持部材を接続する工程、およびクラッドパイプの端に支持パイプを接続する工程をさらに有し、クラッドパイプの少なくとも一端を封止する工程は支持部材と支持パイプとを一体化させることにより一端を封止してもよい。

15 乾燥気体中の水素分子、あるいは水素原子を含む化合物の濃度の合計は10体 積ppm以下であってもよい。挿入する工程の前に、クラッドパイプを加熱する 工程をさらに有してもよい。

20

コアロッドの径Dとコア部分の径dの比D/dは1以上2未満であってもよい。コアロッドはコア部分のみからなってもよく、このとき、クラッドパイプに対するコアロッドの比屈折率差は好ましくは0.2%以上である。また、コアロッドはコア部分と第一クラッド部からなってもよく、このとき、第一クラッド部に対するコア部分の比屈折率差は0.2%以上、第一クラッド部の屈折率はクラッドパイプにおける内表面から少なくともクラッドパイプの厚みの1/10までの部分の屈折率と実質的に等しいと好ましい。

25 クラッドパイプの外径D 2 と内径d 2 の比D 2 / d 2 は 5 以上 3 0 以下であり、かつクラッドパイプの長さは 5 0 0 mm以上であってもよい。比D 2 / d 2 は、7 を超え 3 0 以下であればより望ましい。

クラッドパイプの内周の外周に対する偏心率は、製品となりうる部分(有効部) 全長にわたって0.3%以下であってもよい。1200℃において、コアロッド の平均粘度がクラッドパイプの平均粘度以上であってもよい。

くわえて、コアとその外周にコアよりも屈折率が小さいクラッドを有し、光ファイバの軸に垂直な断面においてロッドとパイプとが加熱一体化されて形成される境界を一つのみ有し、1.38 μ mの波長の光の伝送損失が0.5 d B / k m 以下である光ファイバが提供される。

コアの中心から境界までの距離 p1 とコアの半径 r1 との比 p1/ r1 は、1以上2未満であってもよい。境界からコアまでの部分である第一クラッドに対するコアの比屈折率差が0.2%以上であり、第一クラッドの厚みをtとしたとき、コアの中心と同心であって半径 r+2 tの円と境界とに挟まれる部分の屈折率と第一クラッドの屈折率とが実質的に等しくてもよい。1200℃におけるコアの平均粘度がクラッドの平均粘度以上であってもよい。コアが純石英ガラスあるいは添加材を含んだ石英ガラスからなり、クラッドがフッ素添加石英ガラスを主成分とするガラスからなってもよい。

15 図面の簡単な説明

本発明は、以下において、図面を参照して詳細に説明される。図面は、説明を目的とし、発明の範囲を限定しようとするものではない。

- 図1は、本発明の第一実施形態を示す流れ図である。
- 図2は、本発明の第一実施形態の変形例を示す流れ図である。
- 20 図3は、多バーナ多層付け法の一態様を示す図である。
 - 図4は、多バーナ多層付け法のバーナの折り返しの一態様を示す図である。
 - 図5は、クラッドパイプの穿孔の一態様を示す図である。
 - 図6は、クラッドパイプの純化の一態様を示す図である。
 - 図7aは、クラッドパイプと支持パイプとの融着接続の一態様を示す図であり、
- 25 図7bは、クラッドパイプと支持パイプとの有着接続の別の態様を示す図である。
 - 図8は、クラッドパイプを加熱する一態様を示す図である。
 - 図9は、コアロッドをクラッドパイプに挿入する一態様を示す図である。
 - 図10は、コアロッドの固定治具の一態様を示す図である。
 - 図11は、コアロッドをクラッドパイプ内に挿入して固定する一態様を示す図

である。

図12は、コアロッドをクラッドパイプ内に挿入して固定する別の態様を示す 図である。

図13は、クラッドパイプの一端を封止する工程の一態様を示す図である。

5 図14aは、一端が封止されたクラッドパイプの一態様を示す図であり、図1 4bは、クラッドパイプの一端を封止する別の態様の要部を示す図である。

図15は、ロッドイン線引の一態様を示す図である。

図16は、ロッドイン線引の他の態様の主要部を示す図である。

図17は、本発明の第二実施形態を示す流れ図である。

10 図18は、本発明の第二実施形態のロッドイン線引の一態様の要部を示す図である。

図19は、本発明の第三実施形態を示す流れ図である。

図20は、本発明の第三実施形態におけるコアロッドとクラッドパイプの間の ・隙間の減圧工程の一態様を示す図である。

15 図21は、本発明の第三実施形態におけるクラッドパイプの両端を封止する一 態様を示す図である。

図22は、本発明の第三実施形態のロッドイン線引開始時の一態様を示す図である。

図23は、本発明の第三実施形態のロッドイン線引の一態様を示す図である。

20

発明を実施するための最良の形態

本発明の実施形態が、以下において、図面を参照して説明される。図面において、説明の重複を避けるため、同じ符号は同一部分を示す。図面中の寸法の比率は、必ずしも正確ではない。

25

コアロッドをクラッドパイプに挿入して加熱一体化することを以下ではロッドインコラプスという。コアロッドをクラッドパイプに挿入して加熱一体化しつつ線引することを以下ではロッドイン線引という。

光ファイバの製造過程でロッドイン線引を行うと、得られた光ファイバには、

7

ロッドとパイプとが加熱一体化されて形成される境界面(以下ロッドイン界面ともいう)が形成される。光ファイバをその軸と垂直な面で切断した後、断面をフッ化水素酸溶液、またはフッ化アンモニウムを混合したバッファードフッ化水素酸溶液中に浸漬して化学エッチングし、この断面を電子顕微鏡により観察すると、境界は段差として観察される。

本発明の光ファイバの製造方法においては、コアロッドをクラッドパイプ内に 挿入し、コアロッド表面とクラッドパイプ内表面の水分を除去し、クラッドパイ プの少なくとも一端を封止し、コアロッドとクラッドパイプの間の隙間を乾燥気 体雰囲気と連結しながら、および/または減圧した状態で、コアロッドとクラッドパイプとを加熱する。加熱されて軟化したコアロッドとクラッドパイプとは縮 径しつつ一体化され、そのまま線引される。

10

15

20

このようにすることで、コアロッド表面とクラッドパイプ内表面、すなわち両者の界面付近の不純物、特にOH基、あるいは不整を効果的に除去できるとともに、コアロッドとクラッドパイプを一体化する際の不純物の混入を抑制することができる。これによりロッドイン線引により製造された光ファイバとしては従来にない光伝送特性の優れた光ファイバを製造することができる。また、光学的クラッドの大半または全てをクラッドパイプとしてコア合成とは別工程でかつ一度に形成するので、製造コストの低減および製造時間の短縮が可能である。

線引工程では細径化に伴いパイプ外周部から内径中心方向に向かって均一に外力が加わるため、縮径が速やかでありかつ均一であり、コアロッドとの界面に気泡が残ったり、コアやクラッドが非円または偏心するおそれが少ない。したがって大型厚肉クラッドパイプであっても、そのクラッドパイプを用いてロッドイン線引して良好な光ファイバを製造することができる。

また本発明による光ファイバは、コアとその外周にコアよりも屈折率が小さい クラッドを有し、光ファイバの軸に垂直な断面においてロッドとパイプとが加熱 一体化されて形成される境界を一つのみ有し、1. 38μ mの波長の光の伝送損失が0. 5 d B / k m 以下であり、不純物、特に水分が少なく低損失であり、かつ生産性に優れた構造をもつ。

本発明の実施形態を以下に記載する。図1は、本発明の第一実施形態を示す流れ図である。図2は、本発明の第一実施形態の変形例を示す流れ図である。以下、図1に示した例を中心に各工程について説明する。

第一実施形態では、それぞれ別に製造されたコアロッドとクラッドパイプを用意する。コアロッドおよびクラッドパイプは自作したもの、第三者から購入したものいずれも使用可能である。図1または図2にカッコを付して示した工程は省略することが可能な工程である。ロッドイン線引の前処理工程として、クラッドパイプを純化、洗浄、加熱脱水、エッチング、平滑化、およびコアロッドの洗浄を行うことが好ましい。そして、コアロッドをクラッドパイプに挿入して固定する。次に、ベーキング工程に移り、コアロッド表面とクラッドパイプ内表面を加熱して脱水する。次にクラッドパイプの一端を封止する。次に、コアロッドとクラッドパイプの間の隙間を乾燥気体でサイクルパージすることが好ましい。次に、クラッドパイプを加熱して縮径させてコアロッドと一体化させつつ、一体化した部分から光ファイバを線引するロッドイン線引を行う。

15 図2に示すように、クラッドパイプの前処理工程においては、必要に応じて内 径に合わせてクラッドパイプの外面を研削またはエッチングして所定の外径およ び内径を有するクラッドパイプとすることもできる。また、クラッドパイプを把 持するための支持パイプをクラッドパイプに接続することが好ましい。

20 <コアロッドの製造>

25

VAD法によりコアロッドを製造する。コア合成バーナおよび第一クラッド合成バーナを使用し、それぞれのバーナにガラス原料ガス、可燃性ガス、助燃性ガス、および必要に応じ添加材原料ガスを供給し、出発材の下にガラス微粒子を軸方向に堆積させてガラス微粒子堆積体を製造する。添加材原料ガスは必要に応じコア合成バーナまたはクラッド合成バーナのどちらかあるいは両者に供給する。これらガラス合成バーナは必要に応じて使用する本数を決定する。このようにして最終的に透明ガラス化して得られる第一クラッド部の径(この場合はコアロッドの径と等しい)Dとコア部の径 dとの比D/dが1を超え2未満となる範囲の所定の値で、かつ所定の屈折率プロファイルが得られるように、可燃性ガス、助

10

燃性ガス、添加材原料ガス流量、ガラス堆積量、等を調整してガラス微粒子堆積 体を製造する。

コア部のみからなるコアロッドを製造する場合は、クラッド合成バーナを使用せず、コア合成バーナにガラス原料ガス、可燃性ガス、助燃性ガス、および必要に応じ添加材原料ガスを供給し、出発材の下にガラス微粒子を軸方向に堆積させてガラス微粒子堆積体を製造する。この場合コアロッドの径D、コア部の径dの比D/dが1である。

コアロッドの製造にはOVD法も適用可能である。出発材の周囲にまずコア部となるガラス微粒子を堆積させる。第一クラッドを有するコアロッドを製造する場合は、コアの周囲に第一クラッド部となるガラス微粒子を堆積する。最終的に透明ガラス化して得られる第一クラッド部の径(この場合はコアロッドの径と等しい)Dとコア部の径 dとの比 D/dが1より大きく2未満となる範囲の所定の値となるようにコア部と第一クラッド部の堆積量を調整する。OVD法による場合は、得られるガラス微粒子堆積体から出発材を抜き取る。

15 上記のいずれの場合も得られるガラス微粒子堆積体を脱水および透明化して、 コアの周囲にクラッドを有さない、あるいはごく僅かにクラッドを有するコアロッドを製造する。OVD法でガラス微粒子堆積体を製造したときは透明化して得られたガラスパイプを加熱して中実化する、あるいはガラス微粒子堆積体の透明化と同時に中実化してコアロッドとする。以上示したVAD、OVD法以外にも、

20 ゾルゲル法、MCVD法、PCVD法、その他公知の手段を単独または組み合わせて用いることでコアロッドの製造が可能である。透明ガラス化したコアロッドは必要に応じ、抵抗加熱炉、誘導加熱炉等の公知の加熱手段を用い所定の径に延伸加工する。例えば3~30mmの径になるように延伸する。

25 〈クラッドパイプの製造〉

VAD法またはOVD法でクラッドパイプを製造することができる。最終的に外径の大きなクラッドパイプを得る場合は、多数のバーナを並列させてバーナ列とし、バーナ列と出発材とを相対的にバーナ間隔の数倍以下の距離だけ動かす多本バーナ多層付け(MMD)法が望ましい。MMD法を含むOVD法では出発材の周

囲にガラス微粒子を堆積させガラス微粒子堆積体を製造する。得られるガラス微粒子堆積体から出発材を抜き取った後、脱水および透明化してクラッドパイプを得る。あるいは得られるガラス微粒子堆積体を脱水、透明化した後に出発材を抜き取ってクラッドパイプを得る。

5 MMD法について、図3を参照して説明する。この方法では、1本のバーナではガラス微粒子堆積体の長手方向の一部分のみを形成するようにガラス微粒子を堆積させ、一部分が連続して一つのガラス微粒子堆積体となる。容器4内に出発材1を収納し、出発材1に対向させて複数のバーナ2を配列してバーナ列7を形成させる。出発材1またはバーナ列7のいずれか、または両者を移動させて、出 発材1とバーナ列7を相対的に往復移動させる。往復移動の幅は略バーナ間隔とする。ここでバーナ間隔とは各バーナの中心間の距離をいう。バーナ2から供給されるガラス微粒子が出発材1上に堆積してガラス微粒子堆積体6となる。バーナにガラス原料ガス、可燃性ガスおよび助燃性ガスが供給されてバーナから火炎が噴き出され、火炎中でガラス微粒子が合成されてもよく、バーナにガラス微粒子が供給されて噴き出されるのでもよい。容器中にはバーナ周囲等に設けられた通気口3から清浄ガスが供給され、容器4内のガスは堆積しなかったガラス微粒子とともに排気口5から排気される。

ガラス微粒子堆積体6の径を長さ方向に一定とするために、往復移動の折り返し点が一定の箇所にならないように分散させる。図4では折り返し点が初期の位置に戻るまでの最も外側のバーナ2aの動き(実線)とその内側の2bの動き(点線)を示し、その他のバーナを省略している。図4ではバーナ間隔の5分の1ずつ折り返し点が移動し、折り返し点を上下させて分散させている。ガラス微粒子堆積体の両端部に堆積される層数は出発ロッドの位置により、2層、6層、10層、14層、18層となり両端部以外では20層堆積される。

20

25 VAD法でクラッドパイプを作る場合は、出発材の下部にガラス微粒子堆積体を形成し、脱水および透明化して中実のガラスロッドを得た後、それを穿孔する方法がある。穿孔方法は、ドリル等で孔を開けるのでもよく、図5に示すような加熱して軟化させたガラスロッドの中心付近に穿孔治具を押し込んで孔を開ける方法もある。またOVD法と同様に出発材の周囲にガラス微粒子を堆積させ、出

発材を抜き取った後、脱水および焼結する、あるいは得られるガラス微粒子堆積体を脱水、透明化した後に出発材を抜き取ってクラッドパイプとすることも可能である。

クラッドパイプの製造方法についてはコアロッドの製法と同様、種々の公知技術も使用可能である。クラッドパイプは必要に応じ、内面や外面を機械的に研削、研磨したり、所定の外径となるよう延伸したりして、内径、外径、内外面粗さを調整する。

図5を参照して、加熱して軟化させたガラスロッドの中心付近に穿孔治具を押し込んで孔を開ける方法について説明する。クラッドパイプとなるロッド10を穿孔装置20に取り付ける。加熱部23の両側に設けられた把持手段22a、22bのチャック27a、27bで支持パイプ11a、11bを把持する。引取側から穿孔治具21を支持パイプ11bの孔に挿入してロッド10の端に押しあてる。穿孔治具21は支持部材26を介して固定手段28に固定されている。穿孔治具21と向き合ってロッド10を挟むようにダイス25をロッド10の外面に押しあてる。ダイス25の内径はロッド10の径よりもやや小さめとする。ダイス25は発熱部23の引取側に隣接して配置する。

加熱源30を発熱させてロッド10を1800℃から2600℃に加熱して軟化させる。把持手段22a、22bをそれぞれ所定の速度で送り側から引取側へ(図5で矢印Aの方向)、基台24a、24bの上を移動させ、ロッド10を引取側へ送っていく。穿孔治具21が軟化されたロッド10に押し込まれて孔を形成する。ダイス25によりクラッドパイプ10bは所定の外形とされる。

<純化工程>

10

15

20

このようにして得られたクラッドパイプの純化処理を行う。クラッドパイプ内 に直流高電圧、例えば5kv(電界で表せば10V/mm)以上を印加しつつ、 クラッドパイプの温度を500℃から1500℃の間の所定温度に保ちながら、 3時間以上保持する。これによりガラス中、ガラス内、またはガラス外表面に付 着混入した金属不純物陽イオンを陰極側に移動させる。その後不純物が集まった 部分のガラスを除去することで、より高品質のクラッドパイプを得ることができ

12

る。

例えば、図6に示すように、加熱炉32内に陽極電極31a、陰極電極31bを設けて、クラッドパイプ10bを加熱炉32に入れて陽極電極31a、陰極電極31bで挟む。支持パイプ11bを加熱炉外に出して把持手段34で支持パイプ11bを把持する。ヒータ33を発熱させて、クラッドパイプを500℃ないし1300℃に加熱する。電極31a、31b間に30kVの直流高電圧をかけて金属不純物を陰極電極31b側に移動させる。その後、クラッドパイプ10bを加熱炉32から取り出して外周部を研削して不純物を除去する。このとき、クラッドパイプの内周の外周に対する偏心率が0.3%以下となるように研削すると、そのクラッドパイプから製造される光ファイバの非円や偏心を小さくすることができて好ましい。ここでクラッドパイプの内周の外周に対する偏心率とは、パイプ内径中心と外径中心との位置ずれ量を外径で除した値である。

<HF 洗浄処理>

15 前述のようにして得られるコアロッドおよびクラッドパイプをフッ化水素水溶液に浸漬し、洗浄する。使用するフッ化水素水溶液は、重量濃度が 0. 1 重量% から 5 0 重量% の間であると取り扱いが容易である。浸漬時間は1時間以上とする。これによりコアロッド表面、クラッドパイプ内外面の不純物汚染層を除去できる。

洗浄後のコアロッドおよびクラッドパイプは、He、Ar等の不活性ガス、 N_2 、 O_2 ガスや、 Cl_2 、フッ素等のハロゲンガス、塩化チオニル($SOCl_2$)、 SiF_4 等のハロゲン原子を含むガス、さらには $SiCl_4$ 、 $GeCl_4$ 、 $POCl_3$ 、 PCl_3 、 BCl_3 、 BBr_3 等のガス、あるいはそれらの混合ガス雰囲気中で加熱して脱水する。

25

20

10

<支持パイプ接続>

クラッドパイプの両端には必要に応じて支持パイプを接続し、クラッドパイプ を取扱うときはその支持パイプを把持するようにする。把持箇所は傷がつく場合 があるが、クラッドパイプの外部に把持箇所を設けることで有効なクラッドパイ プ部分に傷がつくのを防ぐ。図7aに示すように、クラッドパイプ10bおよび支持パイプ11の接続箇所を酸水素パーナ12等の加熱源で加熱してクラッドパイプ10bの両端に支持パイプ11を融着接続する。クラッドパイプ10bの形状によっては、クラッドパイプ10bの両端部を切断してから支持パイプ11を接続してもよい。酸水素パーナ12の代わりにプラズマバーナを使用する、あるいは図7bに示すように、抵抗発熱型または誘導発熱型のヒータ13を使用する等、無水の加熱源を使用すると接続箇所にOH基が混入することがない。つまり、クラッドパイプの両端部のOH基濃度を低く保つことができる。これにより製造される光ファイバ全長においてOH基による損失を小さくすることができる。線引開始側または中実化開始側となる支持パイプはクラッドパイプより径を小さくするのが望ましい。後述するように、ロッドイン線引時に支持パイプをコラプスしてコアロッドまたはコアロッドの端に接続した支持部材と一体化することによりクラッドパイプの端を封止する場合に、支持パイプの径が小さいほうが封止が容易であるからである。

15

20

25

10

5

<取り付け>

図8に示すように、クラッドパイプ10bを縦にして線引装置に取り付ける。 上下の支持パイプ11b、11cをそれぞれ把持手段43b、43aに取り付ける。

クラッドパイプを把持手段に取り付けた後、コアロッドを挿入する前にクラッドパイプ内に乾燥ガスを流してクラッドパイプ内表面を80℃ないし1000℃に加熱することが望ましい。150ないし800℃に加熱することがさらに望ましい。クラッドパイプ内表面に物理的に付着している水分が除去される。クラッドパイプと同程度の長さの熱源で全体を加熱してもよく、クラッドパイプよりも短い熱源をクラッドパイプに相対的に移動して加熱してもよい。クラッドパイプ、コアロッドおよび両者の間の乾燥ガスを加熱する方法としては、クラッドパイプ外部から火炎を吹き付けること、プラズマ化させた気体を吹き付けること、加熱したヒータから熱を加えることがあげられる。図8にはクラッドパイプとほぼ同じ長さのヒータ70を使用して加熱範囲全体を同時に加熱する例を示す。

<気相エッチング>

クラッドパイプの加熱脱水工程の後に、クラッドパイプ内表面を気相エッチングする工程を行ってもよい。エッチング処理によりパイプ内表面に残留した不純物をより効果的に除去することができるので、パイプ内表面に不純物の残留が多い場合に有効な方法である。パイプ内表面の異物が減って線引時の断線や光ファイバの異常点を減少できる。エッチングガスには $\mathrm{SF_6}$ 、 $\mathrm{NF_3}$ 、 $\mathrm{SiF_4}$ 、 $\mathrm{CF_4}$ 、 $\mathrm{C_2F_6}$ 等のフッ素化合物ガスやフッ素ガス等が使用可能である。これらの化合物ガスに、ヘリウムやアルゴン等の不活性ガス、 $\mathrm{N_2}$ 、 $\mathrm{O_2}$ 、さらに脱水効果や脱遷移金属効果をもつ化合物ガス、例えば $\mathrm{C1}$ 原子を含む化合物ガス等をも含む混合ガスでもよい。

気相エッチング工程ではパイプ内表面の温度を1000ないし2300℃に加熱する。フッ素化合物ガスやフッ素ガス等が分解し、ガラスと反応することでパイプ内表面がエッチングされる。エッチングによる研削量は10μm以上とし、パイプの内面の内面の荒れをなくすことが望ましい。

<内面平滑化>

10

15

20

25

クラッドパイプ内にC 1 2ガス、あるいは塩素原子を含む化合物ガス、O 2ガス、H e ガスないしはそれらを 2種以上含む混合ガスを流してクラッドパイプ内表面を1 7 0 0℃ないし2 3 0 0℃に加熱してクラッドパイプ内表面を平滑化する工程を行うことも可能である。これによりクラッドパイプを殆ど変形させずに、当該パイプ内面に残留する微小な傷、あるいは凹凸部が溶融平滑化され、内面粗さを 2 0 μm以下にすることができる。塩素ガスを使用した場合は、クラッドパイプに化学的に付着している水分や当該パイプに残留する遷移金属系不純物を除去でき、気泡の発生防止に効果的である。

<コアロッドの挿入>

図 9 に示すように、コアロッド 4 0 をクラッドパイプ 1 0 b 内に挿入する。蓋 4 7 b に固定されて支持パイプ 1 1 b に取り付けられた配管 4 2 からクラッドパ

イプ10b内に乾燥気体を流すことにより、クラッドパイプ10b内に大気が混入して大気中の水分がコアロッド40やクラッドパイプ10bに付着することを防止する。乾燥気体は、コアロッド40を挿入する側の反対側からクラッドパイプ10b内に流す。コアロッド40を下から挿入するときは乾燥気体を上から流し、その逆でもよい。蓋47bは密閉可能がものが好ましく、フッ素化合物樹脂製のものがあげられる。蓋の密閉性をあげるためにOリング等のシール材を併用してもよく、例えば石英の蓋とフッ素化合物樹脂製のOリングとを組み合わせてもよい。後述するようにコアロッド40には両端に支持部材41a、41bを融着接続しておくのが好ましい。

コアロッドの径Dとコア部分の径dの比D/dに合わせてクラッドパイプの内径d2と外径D2の比D2/d2を決定し、所望の構造および特性の光ファイバが得られるコアロッドとクラッドパイプとを組み合わせる。コアロッドとクラッドパイプとの間の隙間は0.05mmないし3mmが好ましい。パイプの内径とロッドの径との差でいうと0.1mm以上である。ロッドをパイプに挿入するときにあまりに隙間が小さいロッドとパイプがこすれて傷がつくことがある。隙間が大きすぎる場合には、両者の融着一体化が不均一になりやすい。

コアロッドとクラッドパイプの間の隙間が大きい場合やコアロッドが極端に細い場合は、コアロッドを2本に分けてもよい。この場合、コアロッド同士は機械的に接触させる。こうすることで、コアロッドの偏在や撓みによるコアの偏心を抑えることができる。コアロッドのつなぎ目の部分は線引中または線引後に廃却する。

<乾燥気体>

20

25

乾燥気体は、水素分子、あるいは水素原子を含む化合物(例えば H_2 、 H_2 〇や CH_3 OH)の濃度の合計が10体積ppm以下の気体であり、望ましくは4体積ppm以下の気体であり、特に望ましくは1体積ppm以下の気体であり、最も望ましくは1体積ppb以下の気体である。化合物が水分の場合には、その水分濃度は露点として測定することができ、その場合、10体積ppmでは-60 $\mathbb C$ 、14体積ppmでは-67 $\mathbb C$ 、14体積pppでは-11

16

12 ℃に相当する。ここでの露点は大気圧基準で測定したものである。ガス種としてはHe、Ar 等の不活性ガス、 N_2 、 O_2 ガスや、 Cl_2 、 D_2 表等のハロゲンガス、 $SOCl_2$ 、 SiF_4 等のハロゲン原子を含むガスも使用可能である。さらには $SiCl_4$ 、 $GeCl_4$ 、 $POCl_3$ 、 PCl_3 、 BCl_3 、 BBr_3 等のガスも使用可能である。

<コア固定>

5

10

15

20

25

コアロッドは支持パイプ内にあらかじめ入れられた固定治具44に挟んで固定する。固定治具44に挟まれる部分からは所望の特性を有する光ファイバ(良品)を得ることができないので、固定治具44に挟まれる部分を単にコアロッドを支持するための支持部材とするとコアロッドを無駄に使うことがない。したがってコアロッドの両端には支持部材を接続するのが好ましい。クラッドパイプの端を封止する場合には、クラッドパイプをコラプスしてコアロッドに一体化させるとコラップスした部分のクラッドパイプおよびコアロッドからは良品が得られれないので、クラッドパイプに接続した支持パイプをコラプスしてコアロッドに接続した支持部材と一体化させるのが、クラッドパイプおよびコアロッドを無駄にしない点で好ましい。

以下では、コアロッドに支持部材41a、41bを融着接続して、支持部材を固定治具で挟む場合について説明する。固定治具は例えば図10に示すような溝45を付けた環46がある。環の外径を支持パイプの内径よりやや大きめとし、環46の内径を支持部材の外径よりもやや小さめとする。環46を弾性材で形成すれば、環46を支持パイプ内に押し入れて支持部材を環46に押し込むことにより支持部材を環46を介して支持パイプに固定できる。こうしてコアロッド40がクラッドパイプ10b内に固定される。コアロッドを固定した状態であっても乾燥気体は溝45を通って環46の上下を流通できる。

コアロッド40をクラッドパイプの下から入れる場合は、図11に示すように、 上側の支持パイプ11b内に固定治具44を入れ、ここに支持部材41bを押し 込んでコアロッド40の上端を固定する。固定治具44を使用することでコアロッド40をクラッドパイプ10bの中心に固定することができ、線引した後の光

固定治具を用いる代わりに、支持パイプまたはクラッドパイプの端部を加熱して縮径させてコアロッドを把持することも可能である。このとき、縮径箇所の上下にガスが流れることができる隙間ができるように支持パイプないしクラッドパイプを縮径させる。支持パイプまたはクラッドパイプの端部の肉厚を薄くして縮径しやすくすることも可能である。図12に示す例では、支持部材41bを支持パイプ11bよりも上に出して、そこを把持手段50で把持してコアロッド40を固定する。この場合、配管42と支持部材41bとが干渉しないようにする。支持部材41bと蓋47bとの間はできるだけ隙間をなくす。特に、クラッドパイプ10b内にSF6やC12などの有毒なガスを流す場合は支持部材41bと蓋47bとの間にシール材を充填する等して気密に保つ。

コアロッドを挿入する以降、線引が終了するまで、クラッドパイプ内部に大気中の水分、水素分子、あるいは水素原子を含む化合物が混入しないようにコアロッドとクラッドパイプとの間の隙間は常に乾燥気体雰囲気とするか、減圧雰囲気とするか、あるいは乾燥気体雰囲気としながら減圧雰囲気とする。クラッドパイプ内部を乾燥気体雰囲気に保つ方法としては、クラッドパイプ内部をこれらのガスで置換した後密閉する方法またはクラッドパイプ一端より継続的に乾燥気体を流入させつつ、他端側から排出させる方法がある。後者の方法では、図11、図12に示すように、配管42から乾燥ガスを供給し、配管49からクラッドパイプ10b内のガスを排出する。乾燥ガスを吹き流している状態では蓋47aは気密になるように支持パイプ11cに取り付ける必要はない。

20

25

15

20

25

<ベーキング>

コアロッドをクラッドパイプに挿入、固定した後、コアロッドとクラッドパイ プの間の隙間を乾燥気体雰囲気と連結しながら、および/または減圧しながら、 パイプおよびコアロッドを加熱してパイプ内表面およびコアロッド表面に付着し ている水素分子、あるいは水素原子を含む化合物を除去する(以下、この処理を 脱水素処理という。)。例えば隙間を乾燥気体流路と連結して乾燥気体を隙間に導 入しながらコアロッドとクラッドパイプを加熱する。あるいは隙間の気体を排気 して隙間を減圧にしながらコアロッドとクラッドパイプを加熱する。あるいは隙 間に乾燥気体を導入しながら同時に隙間の気体を排気して隙間を減圧にしながら 10 コアロッドとクラッドパイプを加熱する。この脱水素処理のための加熱工程をベ ーキング工程という。コアロッド表面およびクラッドパイプ内表面をベーキング 工程で脱水素処理することにより、その後にロッドイン線引して得られた光ファ イバのロッドインによる界面付近のOH基濃度を低減し、OH基による伝送損失 が従来のロッドイン線引では得ることができなかった低い値である光ファイバを 得ることができる。

以下では乾燥気体雰囲気を導入しながら加熱処理する場合の例について説明す る。図11、図12に示すように、配管42から乾燥気体を供給し、配管49か らクラッドパイプ10b内の気体を排出してクラッドパイプ内を上から下に流れ るガスの流れを作る。ガスの流れの向きを逆にすることも可能である。ガスの流 量は標準状態で毎分1リットル以上とするのが望ましい。クラッドパイプ内表面 またはコアロッド表面の加熱温度は80℃ないし1000℃とする。1000℃ を超える高温とすると、ロッド表面やパイプ内表面に物理的に付着している水分 がガラスと反応してコアロッドやクラッドパイプに化学的に吸着したり、あるい はOH基となってガラスに結合してしまい、その後除去することが困難となるこ とがある。加熱温度は800℃以下が望ましい。加熱温度を600℃以下とすれ ばガラス表面での○H基の生成がない。温度を550℃以下とすれば水分がガラ ス表面に化学的に吸着しない。一方、物理的に付着している水分を除去するには 80℃以上で効果があり、150℃以上であれば短時間で除去可能であり、35 0℃以上であればさらに短時間で除去可能である。例えばクラッドパイプ内表面

を30分間以上450℃に保つ。乾燥気体は、窒素、酸素、ヘリウム、アルゴン等のガス、あるいはハロゲンガス、ハロゲン元素化合物ガスを含むものでもよい。

ベーキング中に乾燥ガスを供給する側の支持パイプを加熱して、乾燥ガスを支持パイプを通過する間に温めてからクラッドパイプ内に供給してもよい。この場合、パイプ内を通過するガスの流量を例えば1 s 1 m以上に設定し、下流側から大気が逆流しないようにするとよい。

5

10

15

20

25

加熱源にはバーナ、ヒータが使用可能である。水分をクラッドパイプ外面に与えないという点でヒータが望ましい。加熱範囲はクラッドパイプ全長とする。後に支持パイプをコラプスさせてコアロッドまたは支持部材と一体化させる場合は、支持パイプや支持部材の一体化される箇所より有効部側の部分をベーキング工程で脱水素処理してそれらに付着している水素分子または水素原子を含む化合物を減少させる。これによりロッドイン線引のときに一体化する部分に〇H基が生成することがなく、〇H基によって光の伝送損失増加が生じることがない。同じ理由で支持パイプと支持部材はそれぞれの表面から深さ10μmまでの〇H基濃度を1体積 p p m 以下としておけば、そこからの水素が光ファイバ中で〇H基となって光の伝送損失増加の原因となることがない。

加熱源の長さが加熱範囲の長さよりも短い場合は、加熱源をクラッドパイプおよびコアロッドに対して相対的に移動させる。いずれを移動させてもよく、両方を速度を違えて移動させてもよい。加熱範囲とほぼ同じ長さの加熱源を使用して、加熱範囲全体を同時に加熱することも可能である。

ベーキング工程において、クラッドパイプ10b内を減圧雰囲気とする場合は、クラッドパイプ10b内のガスの排気量を乾燥気体の供給量以上とする、あるいは、乾燥気体を供給せず、配管42または49からクラッドパイプ10b内のガスを排気する。クラッドパイプ10b内の圧力を60kPa以下とするのが望ましい。クラッドパイプ内を排気することにより、クラッドパイプ内表面やコアロッド表面から脱離させた水分がクラッドパイプ内から除去されるので、水分の脱離効果が増す。また、一旦クラッドパイプやコアロッドから脱離した水分がパイプやロッドに再度付着することもない。ベーキング工程は固定治具等でコアロッド40をクラッドパイプ10b内に固定する前に行うことも可能である。

ベーキング工程を加熱温度を違えて2回行う(第一副工程、第二副工程)とコアロッドおよびクラッドパイプの水分をさらに除去することができる。第一副工程では、前述したようにクラッドパイプ内表面またはコアロッド表面の温度を80℃以上1000℃以下、好ましくは150℃以上1000℃以下に加熱し、第二副工程では、第一副工程より高温に加熱するのが望ましい。第一副工程でのコアロッドとクラッドパイプとの間の隙間の雰囲気は前述の通りであるが、第二副工程では、コアロッドとクラッドパイプとの間の隙間をハロゲンガスまたはハロゲン化合物ガスを含む乾燥気体雰囲気とする。例えば、クラッドパイプ内にC12などの脱遷移金属性ガスを含む雰囲気ガスをクラッドパイプの一端から導入し、

他端から除去しつつクラッドパイプ内を1000℃以上の温度とする。脱遷移金属性ガスには塩素、 $SOC1_2$ 等の塩素原子を含むガスが使用できる。ヘリウムやアルゴン等で脱遷移金属性ガスを希釈してもよい。加熱温度を1020℃以上とすると塩化ニッケルや塩化鉄の蒸気圧を1気圧以上とすることができ、コアロッド表面およびクラッドパイプ内表面近傍に化学的に結合している水分を除去する効果に加え、これらの遷移金属をも蒸発させて除去できる。例えばクラッドパイプ内表面を30分間以上、1020℃に保つ。

前述の気相エッチング工程、あるいは前述の内面平滑化工程の前に、クラッドパイプ内の間の隙間を乾燥気体雰囲気と連結しながら、および/または減圧雰囲気に保ち、ベーキング処理と同様の処理を行ってもよい。これによりクラッドパイプ内表面を気相エッチングする際、エッチング用ガスと水分が反応して硫酸等の有毒物質が発生することを抑制できる。

<封止>

5

10

15

20

ベーキング工程によりコアロッド表面およびクラッドパイプ内表面の水分を除 25 去した後、図13に示すように、下側の支持パイプ11cを線引炉51の加熱部 52に向き合う位置にもってくる。このときクラッドパイプ10bを移動させて もよく、線引炉51を移動させてもよい。加熱部52を発熱させクラッドパイプ 10bおよび支持パイプ11cを1800 \sim 2600 \sim 1c加熱してその一部を 縮径させる。こうして図14aに示すようにコアロッド40とクラッドパイプ1

21

0 bを一体化してクラッドパイプ1 0 bの下端を封止する。あるいは、図1 4 b に要部を示すように支持パイプ11 c と支持部材 4 1 a とを一体化してクラッドパイプ1 0 bの下端を封止する。クラッドパイプ1 0 bが封止されるまで配管 4 2 から乾燥気体をクラッドパイプ1 0 b内に供給し、配管 4 9 からクラッドパイプ1 0 b内のガスを排出する。隙間 7 2 において図1 2 の上から下へ向けた乾燥気体の流れが生じる。乾燥気体には酸素、窒素、アルゴン、ヘリウム、塩素またはそれらの 2 種以上からなる混合ガスを使用できる。

蓋47 bと支持パイプ11 bとの接触部分には隙間72の気密を保つためにOリングなどのシール部材をあてる。しかし、隙間72を減圧するとどうしても蓋47 bと支持パイプ11 bとの間や蓋47 bと支持部材41 bの間から外気が隙間72に混入する。第一実施形態では、配管42から乾燥気体を隙間72に供給することにより、隙間72に混入する外気を少なくすることができ、かつ混入した外気を希釈して吹き流し、隙間72の露点を低く保つことができる。一方、特開平7-109141号広報の図4または図6に示された構成では、乾燥気体をコアロッドとクラッドパイプとの間の隙間に吹き流すことは不可能であり、減圧すると露点の高い外気が混入してしまい、結局、隙間の露点を低く保つことができず、コアロッドおよびクラッドパイプから得られる光ファイバのロッドイン界面のOH基は十分少なくならない。

10

15

20

25

配管42に流量計56や圧力計57を設置してクラッドパイプ10b内のガスの流量や圧力を測定する。その結果によりクラッドパイプ10bの下端が完全に封止されたかどうか判断できる。クラッドパイプ10bを上から下に流れるガスの流量が急激に減少するか、クラッドパイプ10b内の圧力が急激に上昇するとクラッドパイプの下端が完全に封止されたと判断できる。クラッドパイプの下端が完全に封止されたと判断できる。クラッドパイプの下端が対止されれば直ちにバルブ60を開けて配管59から隙間72の空気を排気する。クラッドパイプ10bが封止されたときにクラッドパイプ10b内の圧力が急に高くなってクラッドパイプ10bが破裂することを防ぐためにバイパス配管54を設けてもよい。クラッドパイプ10bの下端を封止しつつあるときはバイパス配管54に設置したバルブ55を開放し、クラッドパイプ10bが完全に封止されても乾燥気体がバイパス配管54を通るようにする。

10

15

25

クラッドパイプ10bの下端を封止するときにコアロッド40の下部が加熱されて軟化するが、図13に示した例では、把持手段50で支持部材41bを介してコアロッド40を固定しているのでコアロッド40の全荷重が下部の軟化した箇所に負荷されることがない。したがって、軟化部でコアロッドが変形することが抑制される。

前述したように、クラッドパイプの端を封止することはクラッドパイプそのものの端部をコアロッドと一体化することに限定されない。クラッドパイプに支持パイプを接続し、支持パイプをコアロッドに一体化することによってもクラッドパイプの端が封止される。コアロッドに支持部材を接続した場合は、クラッドパイプまたは支持パイプと支持部材とを一体化させることによってもクラッドパイプの端が封止される。

線引工程では、一体化された部分から光ファイバの線引が開始される。線速および光ファイバの径が所定の値に達して安定した状態となるまでには、線引開始時点から或る程度の時間を要し、その間に線引された光ファイバは良品とはならず廃棄される。支持パイプと支持部材とを一体化すると、線引開始後一定の時間に線引された廃棄される光ファイバは支持パイプおよび支持部材由来であり、クラッドパイプおよびコアロッドから線引された光ファイバの殆ど全てを良品とすることができ、歩留まりを向上させることができる。

クラッドパイプ、支持パイプ、コアロッド、および/または支持部材はそれら 20 が一体化される部分にリンやゲルマニウムやフッ素を添加して融点を下げておく と、一体化が容易である。

クラッドパイプの端部を封止した後数分から数十分間当該封止部分を加熱し続けると封止部分が非円しないので好ましい。クラッドパイプ、支持パイプ、コアロッドおよび/または支持部材を加熱源に対して相対的に回転させるとさらに非円しにくいので好ましい。

〈サイクルパージ〉

クラッドパイプ10bの一端を封止した後、クラッドパイプ10b内のサイクルパージを実施するとさらに脱水素処理できて好ましい。図14aに示すように、

配管 42 に設置したバルブ 58 を閉じて、配管 59 に設置したバルブ 60 を開き配管 59 からクラッドパイプ 10 b内を真空引きする。配管 59 に圧力計 57 を設置しておき、クラッドパイプ 10 b内の圧力を測定する。クラッドパイプ内の圧力が 10 k Pa以下となればバルブ 60 を閉じて真空引きを停止し、バルブ 58 を開いてクラッドパイプ 10 b内に乾燥気体を送り込み、クラッドパイプ 10 b内の圧力が 50 k Pa以上となるまで乾燥気体で圧張りする。この真空引きから圧張りまでの操作を繰り返し、クラッドパイプ 10 b内を乾燥気体雰囲気とする。

真空引きは1kPa以下となるまで行うことが望ましく、圧張りは100kP a以上となるまで行うことが望ましい。サイクルパージを行うことでベーキング 時に除去し切れなかった水素分子、あるいは水素原子を含む化合物あるいはベー キング後にロッドまたはパイプに付着した水素分子、あるいは水素原子を含む化 合物、例えば水分を除去できる。

15 <ロッドイン線引>

20

25

クラッドパイプ10bが封止されたら、下側の支持パイプ11cを線引炉51の外に引き出して、封止された部分から光ファイバを線引する。前述したようなクラッドパイプの一端のみを封止する場合は、線引工程においてクラッドパイプの他端を乾燥気体雰囲気と連結するか、クラッドパイプとコアロッドの間の隙間の気体を他端から排気して減圧するか、あるいは乾燥気体雰囲気と連結しながら同時に減圧する。

コアロッド40およびクラッドパイプ10bを線引炉51に送り込んでいきコアロッド表面を500 $^{\circ}$ ないし1800 $^{\circ}$ に、クラッドパイプ外面を1300 $^{\circ}$ ないし2300 $^{\circ}$ 、望ましくは1300 $^{\circ}$ ないし2100 $^{\circ}$ 、さらに望ましくは1400 $^{\circ}$ ないし2100 $^{\circ}$ に加熱してコアロッド40とクラッドパイプ10bとを下から上へ一体化していき、一体化された部分から光ファイバを引き出していく。

ここで、コアロッドとクラッドパイプとの間の隙間を10kPa以下に減圧する場合には、コアロッド表面を500℃ないし1300℃に、クラッドパイプ外

面を1000 Cないし1800 Cに加熱する。隙間を減圧しないあるいは僅かにしか減圧しない場合は、コアロッド表面を1000 Cないし1800 Cに、クラッドパイプ外面を1500 Cないし2100 Cに加熱する。こうしてコアロッド40 とクラッドパイプ10 bから光ファイバがロッドイン線引される。クラッドパイプ10 bおよびコアロッド40 をその軸を中心に回転させることも可能である。

線引炉の入口にはガス供給部53を設けて、クラッドパイプに向けて窒素やヘリウム等の不活性ガスを吹き付けて、線引炉51の上部から線引炉51内に線引炉外のガスが混入しないようにガスシールする。ガス供給部53からの矢印はガスの流れを表す。

10

15

20

25

線引された光ファイバが所定の径まで細くなったら、光ファイバを切断して支持パイプ11cおよびそれに接続していた蓋47aや配管49をクラッドパイプ10bから切り離し、図15に示すように光ファイバ61を冷却装置62、外径測定装置63、樹脂塗布装置64および樹脂硬化装置65に通し、ガイドローラ66、引取装置67、蓄線部68からなるパスラインにかけ、引取装置67で光ファイバを引き取って巻取機69で巻き取っていく。

コアロッドとクラッドパイプとが一体化した部分を1800ないし2400℃に加熱して光ファイバを線引する。図16には、加熱部を2段(52a、52b)に分け、上段の加熱部52aではコアロッド40表面を500ないし1800℃に加熱してコアロッド40とクラッドパイプ10bとを一体化させ、下段の加熱部52bではコアとクラッドとが一体化した部分を1800ないし2400℃に加熱して光ファイバを線引する例を示す。コアロッド40とクラッドパイプ10bとを一体化させる際の温度は、コアロッド40とクラッドパイプ10bとの間の隙間の減圧具合により調整することは前述の通りである。一方、コアとクラッドとが一体化した部分を線引する温度は隙間の減圧具合によらない。そこで、上段の加熱部52aでは一体化の温度を調整し、かつ下段の加熱部52bでは上段よりも高温に加熱することにより線引速度を高速にすることができる。加熱方式は抵抗加熱、誘導加熱いずれも可能である。

ロッドイン線引時に、コアロッド40とクラッドパイプ10bの間の隙間72

を乾燥気体雰囲気と連結することは、配管42により図示しない外部の乾燥気体 供給源と連結されることによりなされる。酸素、窒素、アルゴン、ヘリウム、塩 素またはそれらの2種以上からなる混合ガスである乾燥気体が配管42から隙間 72に供給される。隙間72を減圧することは配管59から隙間72の気体を排 気することによりなされる。コアロッド40とクラッドパイプ10bの間の隙間 を乾燥気体流路である配管42に連結し乾燥気体を供給しつつ、コアロッド40 とクラッドパイプ10bの間の隙間72のガスを配管59から排気してコアロッ ド40とクラッドパイプ10bの間の隙間72を減圧するすることが好ましい。 この減圧具合は、隙間72の圧力を10kPa以下にすると望ましい。さらに望 ましくは4kPa以下、さらに望ましくは1kPa以下、最も望ましくは0.1k P a 以下に減圧する。コアロッド40とクラッドパイプ10bの間の隙間を乾 燥雰囲気と連結することにより乾燥気体を供給しつつ大気中の水分を巻き込むこ とを防止して線引することができる。コアロッド40とクラッドパイプ10bの ·間の隙間を減圧することでクラッドパイプ10b内のガスの量を減らし、水素分 子、あるいは水素原子を含む化合物ガスが混入していたとしてもその量を減らす ことができる。

10

15

20

クラッドパイプ内を減圧することで、コアロッドとクラッドパイプとを低温で一体化することができる。加熱温度を低温とすればコアに伝わる熱量を少なくできる。クラッドパイプ内を10kPa以下に減圧する場合は、コアロッドの表面は前述したように500ないし1300℃に加熱し、クラッドパイプ外面は1300ないし1800℃に加熱する。この範囲の温度では、コアロッドやクラッドパイプが軟化して自重で垂れて変形することがない。したがって得られる光ファイバは偏心や非円が小さく、コア径に対するクラッド外径の比が長さ方向に一定に保たれ、カットオフ波長や分散等の特性の変動が少ない。

25 また、隙間72の圧力を4kPa以下に減圧すると肉厚のクラッドパイプであっても潰れやすく必要以上に線引炉の温度を上げなくてよい。したがって、エネルギーの無駄がない。また、線速や張力などの線引条件の設定の自由度も増す。

図17に示されている第二実施形態では、コアロッド表面とクラッドパイプ内

表面を脱水素処理しながら光ファイバを線引する。図17においてカッコを付し た工程は省略可能な工程である。コアロッドをクラッドパイプ内に挿入して、そ れぞれを固定するところまでは第一実施形態と同じである。次に、クラッドパイ プの少なくとも一端を封止した後、コアロッドとクラッドパイプの間の隙間のサ イクルパージを行う。これら二つの工程も第一実施形態と同じである。次いで、 コアロッドとクラッドパイプを線引炉上方に移動させる。このとき、封止により コアロッドとクラッドパイプが一体化した部分が加熱部中心部より上方に位置す るようにする。両者が一体化した部分の直近にある未だ一体化していない部分に おけるクラッドパイプ内表面の温度が80℃ないし150℃程度になる位置まで 移動する。線引炉51の加熱部52の温度を一時的に下げてもよい。このときコ 10 アロッドとクラッドパイプの間の隙間は乾燥気体雰囲気と連結させた状態を保つ。 次に、コアロッドおよびクラッドパイプを徐々に線引炉下方に向かって移動さ せる。加熱部52の温度を一時的に下げたときは、温度を上昇させる。コアロッ ドおよびクラッドパイプの移動に従い、一体化していない部分のコアロッド表面 とクラッドパイプ内表面の温度は徐々に上昇する。このとき、コアロッドとクラ 15 ッドパイプが一体化した部分の直近にある未だ両者が一体化していない部分では、 コアロッドとクラッドパイプの間の隙間は乾燥気体雰囲気と連結されている。あ るいはコアロッドとクラッドパイプの間の隙間は乾燥気体雰囲気と連結されると 同時に、コアロッドとクラッドパイプの間の隙間の気体が排気され減圧されてい る。その状態でコアロッド表面とクラッドパイプ内表面は80℃ないし100 20 0 ℃、好ましくは温度150 ℃ないし1000 ℃で加熱されることから、コアロ ッド表面とクラッドパイプ内表面のベーキングが行われる。その後コアロッドお よびクラッドパイプを徐々に線引炉下方に向かって移動させる。コアロッドおよ びクラッドパイプの移動に応じてベーキングされる部分が徐々にコアロッドおよ びクラッドパイプの上側に移動していく。 25

コアロッドとクラッドパイプが一体化した部分が線引炉加熱部中心部付近まで達したら、一旦コアロッドおよびクラッドパイプの移動を停止する。その位置で保持してコアロッドおよびクラッドパイプが一体化した部分の温度を上昇させる。 一体化した部分のクラッドパイプ外面の温度が1300℃ないし2100℃まで

上昇したら、一体化した部分から光ファイバを引き出していく。以降の工程は第一実施形態と同様に行う。光ファイバが継続的に引き出されるのに応じ、コアロッドとクラッドパイプも継続的に線引炉上方より下方に導入する。これにより一体化していない部分のコアロッド表面とクラッドパイプ内表面が加熱される部分は一体化した部分から他方の端に向かって徐々に移動していく。コアロッドとクラッドパイプの間の隙間は乾燥気体雰囲気と連結されている。同時にコアロッドとクラッドパイプの一体化は上方に向かって進行する。これによりコアロッド表面とクラッドパイプの表面のベーキングを継続的に行いつつ、光ファイバを線引する。これらは減圧しながら行うことも可能である。

10 第二実施形態では、図18に示すような2段以上からなる加熱部が有効である。 一体化した部分を加熱して線引するための下段の加熱部52bは1800℃ない し2400℃に加熱し、まだ一体化していないクラッドパイプおよびコアロッド に対向する部分に配置される上段の加熱部52aの温度を80℃ないし100 0℃とすると、加熱部52aにより加熱されるクラッドパイプ内表面およびコア ロッド表面に物理的に付着している水分を除去することが確実に行える。

前述の方法とは別に、クラッドパイプの両端を封止してクラッドパイプ内を密 封した状態で光ファイバのロッドイン線引を行う第三実施形態もある

クラッドパイプの両端を封止する場合は、一端を封止した後、クラッドパイプ とコアロッドの間の隙間の気体をクラッドパイプの他端から排気して隙間を減圧 して他端を封止する。これによりクラッドパイプとコアロッドとの間が隙間となっておりその隙間が減圧状態となった光ファイバ母材を得ることができる。隙間 の圧力をどのくらい減圧するかは、両端を封止した時点の隙間の体積による。隙間はロッドイン線引が進行すると小さくなり、その圧力は大きくなっていく。線 引終了時に隙間に存在する気体が大気圧以上とならないように隙間を減圧する。 例えば1kPa以下まで減圧する。この光ファイバ母材を線引するときには、コアロッドとクラッドパイプの間の隙間は減圧されている。

クラッドパイプの端を封止するときには、一端のみを封止する場合および両端 を封止する場合のいずれであっても、コアロッドとクラッドパイプの間の隙間を

28

乾燥気体雰囲気と連結し、かつ減圧することにより隙間の露点を下げることができる。したがって、コアロッド表面またはクラッドパイプ内表面にOH基が生成することを防ぐことができ、ロッドイン線引して得られる光ファイバのOH基に由来する伝送損失を小さくすることができる。

両端を閉じたクラッドパイプとその中に閉じこめられたコアロッドからなる光ファイバ母材は、従来の中実の光ファイバ母材と同様に取り扱うことができる。 第三実施形態では、ベーキング工程およびクラッドパイプの両端の封止までを線引装置とは別の設備で実行し、得られた光ファイバ母材を従来と同様の線引装置で線引することができる。既存設備を活用するという点で有効な方法である。

10 第三実施形態におけるクラッドパイプの封止は、クラッドパイプの両端を封止 するだけである。従来のロッドインコラプスとは違ってクラッドパイプ全長にわ たってコラプスしないので、その分の工程に要する時間、設備および運転費用が 省略でき、低コストで光ファイバを製造できる。

図19を参照して第三実施形態のフローを説明する。図19においてカッコを付した工程は省略することが可能な工程である。

15

20

25

ベーキング工程によりコアロッド表面およびクラッドパイプ内表面を脱水素処理した後にクラッドパイプの一端を封止することまでは第一実施形態と同様である。ただし、ベーキング工程とクラッドパイプの封止とは、線引装置以外のベーキング工程が実行できる加熱装置に取り付けて行ってもよい。また、加熱装置は図12に示したようなコアロッドとクラッドパイプとを縦に取り付けるものに限らず、横に取り付けるものであってもよい。

クラッドパイプの一端を封止した後のサイクルパージ工程も第一実施形態と同様である。隙間の気体を排気して圧力が1kPa以下になるまで排気した後にクラッドパイプの他端を封止する。両端を封止した光ファイバ母材を加熱してロッドイン線引する。

クラッドパイプの一端を封止した後の工程を図20を参照して具体的に説明する。バルブ60を開いて配管59から隙間72の気体を排気する。圧力計57により隙間72の圧力を監視し、その圧力が1kPa以下になるまで隙間72の気体を排気する。一旦、隙間72の圧力を1kPa以下とした後、第一実施形態と

同様にサイクルパージを行って、隙間72の圧張りと真空引きとを繰り返してもよい。

隙間72の気体を排気し続けてその圧力を1kPa以下とした状態で、図21に示すように加熱源73をクラッドパイプ10bの上端または支持パイプ11dの横に位置させて、クラッドパイプ10bの上端または支持パイプ11dをコラプスさせてコアロッド40または支持部材41bと一体化させる。図21に示したように、支持パイプ11dを支持部材41bと一体化させ、コアロッド40およびクラッドパイプ10bを全長有効に使用するのが好ましい。

クラッドパイプの両端の封止が完了すれば、排気を終了し、支持パイプから蓋 10 47a、47bや各配管を取り外す。

得られた光ファイバ母材の線引を開始する側の支持パイプおよび支持部材を、 一体化された箇所より外側で切断するかまたは支持パイプおよび支持部材を加熱 して引きちぎる。切断したまたは引きちぎった末端を線引を開始するのに適した 形状にさらに整えるのが好ましい。前述したように、光ファイバの線引開始から しばらくの間に線引された光ファイバは良品とならないので、その間に線引され る光ファイバが支持パイプと支持部材から引かれたものとなる程度の支持パイプ と支持部材とを線引開始端に残すのが好ましい。

15

20

25

図22に示すように、支持パイプ11dに接続された延長部材74を把持手段75により把持して光ファイバ母材100を線引開始端から線引炉51に入れる。あるいは、延長部材を使用せず支持パイプ11dを把持手段75により直接把持してもよい。把持手段75は母材送り装置76に連結される。

図23に示すように、線引炉51の加熱部52を加熱してクラッドパイプ10bの下端をコラプスしてコアロッド40と一体化させつつ、引き取り手段67で光ファイバ母材100の下端から光ファイバ61を線引する。クラッドパイプをコラプスさせて一体化させることは第一実施形態と同様であり、線引炉の加熱部の熱分布の付け方も第一実施形態と同様である。コアロッドとクラッドパイプの間の隙間77は1kPa以下に減圧されて封じられているので、クラッドパイプ10bのコラプスも速やかである。

光ファイバ母材100の線引が進むにつれて隙間77は小さくなっていきその

圧力は高くなっていく。支持部材41bと支持パイプ11dとを一体化させると、 光ファイバ母材100の有効部の線引が終了した時点の隙間77は、光ファイバ 母材上端の非有効部部分の隙間および支持部材41bと支持パイプ11dとの間 の隙間となる。この線引終了時点の隙間が光ファイバ母材100の外部の圧力よ りも低くなるようにクラッドパイプの上端を封止するときの隙間の圧力をあらか じめ算出して、クラッドパイプ上端の封止時に隙間77をその圧力とする。支持 部材と支持パイプを一体化させる箇所をクラッドパイプ10bから離れた箇所と して線引終了時の隙間を十分に確保するのでもよい。

図23では線引炉51上に設けたガス供給部53から光ファイバ母材100に 向けてガスを噴き出させて線引炉51内に炉外の気体が巻き込まれないガスシー ル方式を示したが、光ファイバ母材全体を収容室に収めて、支持パイプまたは延 長部材の部分で炉内雰囲気と炉外雰囲気を分ける方式としてもよい。使用する加 熱源によっては、必ずしも炉内雰囲気と炉外雰囲気に分ける必要はない。

母材送り装置 7 6 が下方に移動して光ファイバ母材 1 0 0 を線引炉 5 1 に送り 込んでいく。光ファイバ母材 1 0 0 が線引炉 5 1 に送り込まれるにつれてクラッドパイプ 1 0 b とコアロッド 4 0 とが徐々に一体化され、同時に一体化された部分から引き取り手段 6 7 により光ファイバ 6 1 が引き取られる。線引炉 5 1 を出た光ファイバ 6 1 は第一実施形態と同様に、冷却装置 6 2、外径測定装置 6 3、樹脂塗布装置 6 4 および樹脂硬化装置 6 5 に通され、ガイドローラ 6 6、引取装20 置 6 7、蓄線部 6 8 からなるパスラインにかけられて、巻取機 6 9 により巻き取られる。

第三実施形態においては光ファイバ母材の線引時にコアロッドとクラッドパイプとの間の隙間の気体を排気するための配管や、隙間を乾燥気体雰囲気と連結するための配管が必要ない。したがって、光ファイバが母材送り装置によって線引炉に送り込まれるときに、それらの配管の取り回しの問題が生じず、光ファイバ母材の取り回しが容易である。また、従来使用していた中実の光ファイバ母材を線引する装置をそのまま使用することができる。

25

第一実施形態ないし第三実施形態で得られる光ファイバはロッドとパイプとが加熱一体化された境界を一つのみ有し、波長1.38μmの光の伝送損失を0.

31

 $5\,d\,B/k\,m$ 以下、さらには0. $3\,5\,d\,B/k\,m$ 以下とすることができる。これらの値は、波長1. $3\,8\,\mu\,m$ の光に対する0H 基吸収損失約0. $2\,5\,d\,B/k\,m$ 以下、あるいは約0. $1\,d\,B/k\,m$ 以下に相当する。境界は、コアの中心から境界までの距離 $p\,I$ 、コアの半径 $r\,I$ の比 $p\,I/r\,I$ が、I以上2未満である領域内に存在する。

また偏波モード分散(PMD)は $0.15ps/km^{1/2}$ 以下、さらには $0.08ps/km^{1/2}$ 以下とすることができる。長さ方向の分散値変動の絶対値を $2ps/nm/km^2$ 以下、さらには $0.5ps/nm/km^2$ とすることができる。コア偏心も0.3%以下である。

10

15

20

25

<コアロッド>

コアロッドの径Dとコア部分の径dの比は1≦D/d<2とするのが好適であり、こうすると従来コアロッドの一部として合成していた光学クラッド部分の大半を、クラッドパイプとして合成するので、製造コストの低減および製造時間の短縮が実現される。コアロッドを火炎研磨する工程も省略できる。比D/dが1以上1.4以下の範囲であればコアと同プロセスで合成する必要のある第一クラッドはせいぜいコアと同体積であり、生産性の面でより効果が顕著である。

コアロッドは、純シリカそのもの、純シリカに酸化ゲルマニウム(GeO_2)が添加されたもの、純シリカに P_2O_5 、 Al_2O_3 や TiO_2 、Cl等の屈折率を上昇させる添加剤が添加されたものがあげられる。

コアロッドの外周部分にクラッドパイプの内面部分の組成に近い光学的クラッドの一部を付けておくことで、コアロッドとクラッドパイプとを加熱するときにコアロッドまたはクラッドパイプの変形や界面に気泡が生じることを抑制することができ、伝送損失、PMD、あるいは分散特性(光ファイバの長手方向の分散値の変動)といった光学的特性が優れた光ファイバを製造することができる。

コアに GeO_2 等の添加剤を添加してクラッドを純シリカとする場合は、コアロッドに純シリカからなる光学的クラッドの一部を付けておくことにより、コアロッドとクラッドパイプとを加熱するときに、コアとクラッドとが同心を保って一体化される。したがって、コアが非円または偏心することを抑制できる。しかも、

コアロッドに存在する光学的クラッドは従来よりも少ないので製造コストは従来になく少ない。比D/dが1.2以下であれば、 GeO_2 が添加されたガラス微粒子のみからなるガラス微粒子堆積体を製造し、それを脱水、透明化する際に、外周部分のゲルマニウムを拡散あるいは揮散させて光学的クラッドとすることもできる。

<クラッドパイプ>

5

. 10

20

クラッドパイプは、その内表面近傍の屈折率がコアロッドの第1クラッドの屈折率と実質的に等しければよく、純シリカにフッ素や B_2O_3 といった屈折率を下げる添加剤を添加したもの、純シリカそのもの、または純シリカに GeO_2 、 P_2O_5 、 Al_2O_3 や TiO_2 、Cl等の屈折率を上昇させる添加剤が添加されたものがあげられる。クラッドパイプの内表面面近傍の組成が第1クラッドと同じであればさらに好ましい。

15 <パイプ倍率>

クラッドパイプは、クラッドパイプの外径D2と内径d2との比D2/d2が、5以上、30以下、望ましくは7を超え30以下、より望ましくは、8以上、30以下であるものがよい。また外径は90mm以上であるものが望ましく、より望ましくは120mm以上がよい。あるいは長さは500mm以上であること、より望ましくは600mm以上がよい。このような大型のクラッドパイプを使うことで、一回の線引で得られる光ファイバが長くなり、より生産効率が向上する。クラッドパイプの外径と内径の比は、所望する光ファイバの構造に合わせて適宜調整する。

25 <偏心率>

コアロッドならびにクラッドパイプの偏心率は全長にわたって 0.3 %以下であることが望ましく、0.2%以下であることがより望ましい。ここで偏心率とは、第一クラッドを有するコアロッドの場合はコア部中心とコアロッド中心との位置ずれ量をコアロッド径で除した値である。クラッドパイプの場合はパイプの

内周の外周に対する偏心率であり、それはパイプ内径中心と外径中心との位置ずれ量を外径で除した値である。これにより最終的に得られる光ファイバのコア偏心量が低減することはもちろんのこと、コアロッドとクラッドパイプを一体化する際、軸に垂直な断面内での溶融状態の不均一性が低減され、気泡、コア非円の発生を抑制し、得られる光ファイバの伝送特性を良好なものとすることができる。

<パイプ非円>

10

1.5

20

25

コアロッドのコアおよび第一クラッドの非円率、ならびにクラッドパイプの外径および内径の非円率がそれぞれ1.5%以下のものを使用するのが望ましい。 さらに望ましくは0.5%以下、さらに望ましくは0.2%以下であるものを使用する。非円率が小さなコアロッドまたはクラッドパイプをロッドイン線引することで、できあがった光ファイバのコアの非円率の悪化や複屈折率の増加を抑制でき、PMDを低減できる。例えば、0.15ps/km^{1/2}以下とできる。またコアロッドとクラッドパイプを一体化する際に、軸に垂直な断面内での溶融状態の不均一性が低減され、コアロッドとクラッドパイプの一体化が均一に進み、気泡の発生を抑制することができる。したがって、得られる光ファイバの伝送特性を良好なものとすることができる。また、できあがった光ファイバの分ラッドの偏肉率が小さい、すなわちコアが偏心していないので、当該光ファイバの接続による損失が小さい。コアロッドおよびクラッドパイプとも非円率および偏心率の小さなものを組み合わせるとさらに効果が大きい。

コアロッドの表面粗さおよびクラッドパイプの内表面粗さは、ともに 20μ m 以下のものを使用するのが望ましい。これによりコアロッドとクラッドパイプを一体化するとき、溶着される両者の表面粗さがともに小さいため、気泡発生の抑制に効果がある。これにより線引時に断線することや径変動が発生することを低減できる。また、得られる光ファイバの伝送損失を小さくできる。ロッドやパイプを抵抗加熱炉や誘導加熱炉等の加熱手段を用いて所定の径に延伸することや、モル濃度が0.1重量%から50重量%のフッ化水素水溶液に1時間以上漬し表面の不純物汚染層を除去することを行えば表面粗さを小さくできる。

コアロッドのOH基濃度は20重量ppm以下が望ましい。さらに望ましくは

10重量ppm以下、さらに望ましくは2重量ppm以下、さらに望ましくは1 重量 p p m以下、最も望ましくは 0.1 p p m以下である。 クラッドパイプでは、 光ファイバになったときにモードフィールド径に含まれる部分のOH基濃度は2 0 重量 p p m以下が望ましい。さらに望ましくは2 重量 p p m以下、さらに望ま しくは10重量ppm以下、さらに望ましくは1重量ppm以下がよい。もとも とOH基濃度が低いコアロッドおよびクラッドパイプを使用することで、OH基 による光の吸収損失が小さな光ファイバが得られる。コアとクラッドの間の界面 の部分のOH基濃度が0.05ppmであれば、OH基による光の吸収損失は0. 5 d B である。

前述の例のように、細いコアロッドと厚肉のクラッドパイプとの加熱一体化に 10 際しては、クラッドパイプに比べ遥かに熱容量が小さいコアロッドのほうが変形 しやすい。そのためクラッドパイプの平均粘度に対し、コアロッドの平均粘度が 同じかより大きいほうが望ましい。一体化の際のコアロッドの変形を防止しやす いためである。これにより、得られる光ファイバのコア非円やコア偏心、気泡、 等が発生しにくい。ここで基準にすべき粘度の値は両者を溶融一体化する温度領 15 域における各々の粘度を代表する値であり、この温度領域は石英系ガラスの場合 には、通常1000から24000の温度範囲である。ここでは12000で の値を代表値として考える。

前述のような粘度の組み合わせを達成するコア、クラッドを構成するガラスと しては以下のものがあげられる。すなわちコアを構成するガラスとしては、純石 20 英ガラスあるいはフッ素、C1等のハロゲン原子、GeO,、B,O,、P,O,、A 1,〇3等の金属酸化物を一種類以上含む石英ガラスが望ましい。クラッドを構成 するガラスとしては、フッ素添加石英ガラスあるいはフッ素以外の他のハロゲン 原子、GeO₂、B₂O₃、P₂O₅、Al₂O₃等の金属酸化物を一種類以上含むフ ッ素添加石英ガラスが望ましい。特に望ましくは、コアがC1原子を含む石英ガ ラスあるいはC1原子とフッ素原子を含む石英ガラス、クラッドがフッ素添加石 英ガラスあるいはC1原子を含むフッ素添加石英ガラスであること、またはコア がGeO,を含む石英ガラスあるいはGeO,とC1原子を含む石英ガラス、クラ ッドがフッ素添加石英ガラスあるいはCI原子を含むフッ素添加石英ガラスであ

25

5

10

15

20

25

る。例えば、コアが石英ガラスに約1000重量ppmのC1原子を含み、クラッドがフッ素原子を約1重量%含む石英ガラスであれば、前述したコアとクラッドの粘度の関係を満足するとともに、コアとクラッドとの比屈折率差が約0.34%のものが得られる。の例に限らず、これら添加物の種類、量は、所定の粘度、コアとクラッドとの所定の屈折率差が得られるよう、適宜選択調整する。

<屈折率プロファイル>

光ファイバの屈折率プロファイルには特に制限がない。分散シフトファイバや 分散補償ファイバなどのように複雑な屈折率プロファイルを有するコアロッドも 使用可能である。単純なステップ型の屈折率プロファイルをもつシングルモード 光ファイバを得る場合は、クラッドに対するコアの比屈折率差は 0.2%以上で あれば、標準的なシングルモード光ファイバを形成することができる。

コアに相当する部分の周囲に第一クラッドを有するコアロッドを使用する場合は、クラッドパイプにおける内面から少なくともクラッドパイプの厚みの1/1 0までの部分の屈折率と、第一クラッド部の屈折率が実質的に等しいことが望ましい。これは両者の比屈折率差が一0.05%以上、+0.05%以下、より望ましくは一0.02%以上、+0.05%以下である。これによりカットオフ波長や分散等の特性の変動が少ない光ファイバが得られる。

第一クラッドを有するコアロッドの場合は、第一クラッドとその外周に形成されるクラッドとの屈折率が所定の範囲内となるように、それぞれに含まれる屈折率を調整するための添加材の種類や濃度を調整する。この場合の調整とは何も添加しないことを含む。第一クラッドを含むクラッド部分には異なる屈折率をもつ複数の領域を有していてもよい。また前述の例では、シングルモード光ファイバの場合を中心に説明したが、本発明はマルチモード光ファイバの場合にも適用可能であり、伝送損失を低減する同様の効果が得られる。

実施例

第3実施形態に従い、表Iに示す条件でロッドイン線引により光ファイバを製造した(実施例 $1\sim4$)。具体的には、クラッドパイプをフッ化水素水溶液に浸漬

36

して洗浄し、クラッドパイプと支持パイプとを接続し、クラッドパイプ内表面を気相エッチングし、クラッドパイプ内表面を塩素処理した。その後、クラッドパイプの間の隙間を露点 T_d $^{\circ}$ $^{\circ}$

表 I

10

実施例	1	2	3	4
	100	40	125	40
支持パイプ長さ mm	1500	1500	1500	1500
クラッドパイプ外径 mm	150	70	250	36
クラッドパイプ長さ mm	700	2500	300	2000
コアロッド径 mm	10	4.5	16	2.4
コアロッド長さ mm	700	1300+1300	400	2100
ベーキング温度T,℃	450	400	350	500
ベーキング時間 時間	1	2	4	0.5
露点T _d ℃	-88	-80	-59	-85
圧力P kPa	0.1	3. 2	0.01	3.6
上流側封止後の待機時間 分	30	10	60	15

15 条件1、2または4で製造した光ファイバは、波長1. 38μ mの光の伝送損失を0. 1 d B ℓ k m以下とすることができた。条件3で製造した光ファイバは、波長1. 38μ mの光の伝送損失が1. 2 d B ℓ k m となり0. 5 d B ℓ k m よりも大きくなった。この原因はベーキング工程で使用した乾燥ガスの露点が高かったことにあると考えられる。

37

日本特許出願 2003-139732 (2003 年 5 月 19 日出願)、および、2003-139733 (2003 年 5 月 19 日出願) の明細書、クレーム、図面、要約書を含むすべての開示は、本明細書に統合される。

5 産業上の利用可能性

伝送損失の小さい光ファイバを、生産性良く小さいコストで製造することができる。

20

請求の範囲

- 1. コアロッドをクラッドパイプに挿入し、加熱一体化しつつ線引することを含む光ファイバの製造方法であって、
- 5 前記コアロッドを前記クラッドパイプ内に挿入する工程、

前記コアロッド表面と前記クラッドパイプ内表面の水分を除去する工程、

前記クラッドパイプの少なくとも一端を封止する工程、および、

前記コアロッドと前記クラッドパイプの間の隙間を乾燥気体雰囲気と連結しながら、および/または減圧した状態で、前記一端から線引して光ファイバとする 10 工程、

を有する光ファイバの製造方法。

2. 請求の範囲第1項記載の光ファイバの製造方法において、

前記水分を除去する工程では、前記隙間を乾燥気体雰囲気と連結しながら、および/または減圧しながら、前記コアロッドと前記クラッドパイプを加熱する光 15 ファイバの製造方法。

3. 請求の範囲第1項または第2項記載の光ファイバの製造方法において、

前記水分を除去する工程は、前記隙間を乾燥気体雰囲気と連結しながら、および/または減圧しながら、前記コアロッドと前記クラッドパイプを加熱する第一 副工程と、前記隙間をハロゲンガスまたはハロゲン化合物ガスを含む乾燥気体雰囲気に保ちながら前記コアロッドと前記クラッドパイプを加熱する第二副工程を含む光ファイバの製造方法。

4. 請求の範囲第1項ないし第3項のいずれか一項記載の一つの光ファイバの製造方法において、

前記クラッドパイプの少なくとも一端を封止する工程が、前記クラッドパイプ 25 の一端を封止し、さらに前記隙間を減圧しながら前記クラッドパイプの他端を封 止する工程である光ファイバの製造方法。

5. コアロッドをクラッドパイプに挿入し、加熱一体化しつつ線引することを 含む光ファイバの製造方法であって、

前記コアロッドを前記クラッドパイプ内に挿入する工程、

5

15

前記クラッドパイプの少なくとも一端を封止する工程、および、

前記コアロッドと前記クラッドパイプの間の隙間を乾燥気体雰囲気と連結しながら前記コアロッドと前記クラッドパイプを加熱して、前記コアロッド表面と前記クラッドパイプ内表面に付着する水分を除去しつつ前記一端から光ファイバを線引する工程、

を有する光ファイバの製造方法。

6. 請求の範囲第1項ないし第5項のいずれか一項記載の光ファイバの製造方法において、

前記クラッドパイプの少なくとも一端を封止する工程では、前記隙間を乾燥気 10 体雰囲気と連結し、かつ減圧する光ファイバの製造方法。

7. 請求の範囲第1項ないし第6項のいずれか一項記載の光ファイバの製造方法において、

前記クラッドパイプの少なくとも一端を封止する工程は、前記コアロッドと前記クラッドパイプとを前記一端において一体化する工程を含む光ファイバの製造方法。

8. 請求の範囲第1項ないし第6項のいずれか一項記載の光ファイバの製造方法において、

前記コアロッドの端に支持部材を接続する工程をさらに有し、

前記クラッドパイプの少なくとも一端を封止する工程は、前記支持部材と前記 20 クラッドパイプとを前記端部において一体化させる工程を含む光ファイバの製造 方法。

9. 請求の範囲第1項ないし第6項のいずれか一項記載の光ファイバの製造方法において、

前記クラッドパイプの端に支持パイプを接続する工程をさらに有し、

- 25 前記クラッドパイプの少なくとも一端を封止する工程は、前記コアロッドと前記支持パイプとを一体化させることにより前記一端を封止する光ファイバの製造方法。
 - 10.請求の範囲第1項ないし第6項のいずれか一項記載の光ファイバの製造方法において、

前記コアロッドの端に支持部材を接続する工程、および、

前記クラッドパイプの端に支持パイプを接続する工程をさらに有し、

前記クラッドパイプの少なくとも一端を封止する工程は、前記支持部材と前記 支持パイプとを一体化させることにより前記一端を封止する光ファイバの製造方 法。

11. 請求の範囲第1項ないし第10項のいずれか一項記載の光ファイバの製造方法において、

前記乾燥気体中の水素分子、あるいは水素原子を含む化合物の濃度の合計は1 0体積ppm以下である光ファイバの製造方法。

10 12. 請求の範囲第1項ないし第11項のいずれか一項記載の光ファイバの製造方法において、

前記挿入する工程の前に、前記クラッドパイプを加熱する工程をさらに有する 光ファイバの製造方法。

13. 請求の範囲第1項ないし第12項のいずれか一項記載の光ファイバの製 15 造方法において、

コアロッドの径Dとコア部分の径dの比D/dは1以上2未満である光ファイバの製造方法。

14. 請求の範囲第13項の光ファイバの製造方法において、

前記コアロッドは、前記コア部分のみからなる光ファイバの製造方法。

20 15. 請求の範囲第14項の光ファイバの製造方法において、

前記クラッドパイプに対する前記コアロッドの比屈折率差は、0.2%以上である光ファイバの製造方法。

16. 請求の範囲第13項の光ファイバの製造方法において、

前記コアロッドは、前記コア部分と前記コア部分よりも屈折率が小さい第一ク 25 ラッド部からなる光ファイバの製造方法。

17. 請求の範囲第16項の光ファイバの製造方法において、

前記第一クラッド部に対する前記コア部分の比屈折率差は0.2%以上であり、 前記第一クラッド部の屈折率は前記クラッドパイプにおける内表面から少なくと も前記クラッドパイプの厚みの1/10までの部分の屈折率と、実質的に等しい 41

光ファイバの製造方法。

18. 請求の範囲第1項ないし第17項のいずれか一項記載の光ファイバの製 造方法において、

前記クラッドパイプの外径D2と内径d2の比D2/d2は5以上30以下で あり、かつ前記クラッドパイプの長さが500mm以上である光ファイバの製造 方法。

19. 請求の範囲第18項の光ファイバの製造方法において、

前記比D2/d2は、7を超え30以下である光ファイバの製造方法。

20. 請求の範囲第1項ないし第19項のいずれか一項記載の光ファイバの製 造方法において、 10

前記クラッドパイプの内周の外周に対する偏心率が有効部全長にわたって 0. 3%以下である光ファイバの製造方法。

- 21. 請求の範囲第1項ないし第20項のいずれか一項記載の光ファイバの製 造方法において、
- 1200℃において、前記コアロッドの平均粘度が前記クラッドパイプの平均 15 粘度以上である光ファイバの製造方法。
 - 22. コアとその外周にコアよりも屈折率が小さいクラッドを有する光ファイ バであって、

前記光ファイバの軸に垂直な断面においてロッドとパイプとが加熱一体化され で形成される境界を一つのみ有し、1.38 μ mの波長の光の伝送損失が0.5 20 dB/km以下である光ファイバ。

23. 請求の範囲第22項の光ファイバにおいて、

前記コアの中心から前記境界までの距離 p1 と前記コアの半径 r1 との比 p1/ r1は、1以上2未満である光ファイバ。

24. 請求の範囲第22項または第23項の光ファイバにおいて、 25

前記境界からコアまでの部分である第一クラッドに対する前記コアの比屈折率 差が 0.2%以上であり、前記第一クラッドの厚みを t としたとき、コアの中心 と同心であって半径 r + 2 t の円と前記境界とに挟まれる部分の屈折率と前記第 一クラッドの屈折率とが実質的に等しい光ファイバ。

- 25. 請求の範囲第22項ないし第24項のいずれか一項記載の光ファイバにおいて、
- 1200℃における前記コアの平均粘度が前記クラッドの平均粘度以上である 光ファイバ。
- 5 26. 請求の範囲第22項の光ファイバにおいて、

前記コアが純石英ガラスあるいは添加材を含んだ石英ガラスからなり、前記クラッドがフッ素添加石英ガラスを主成分とするガラスからなる光ファイバ。

FIG. 1

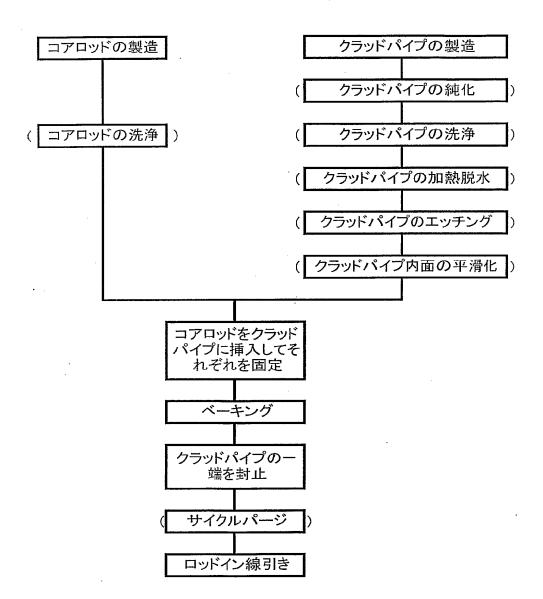
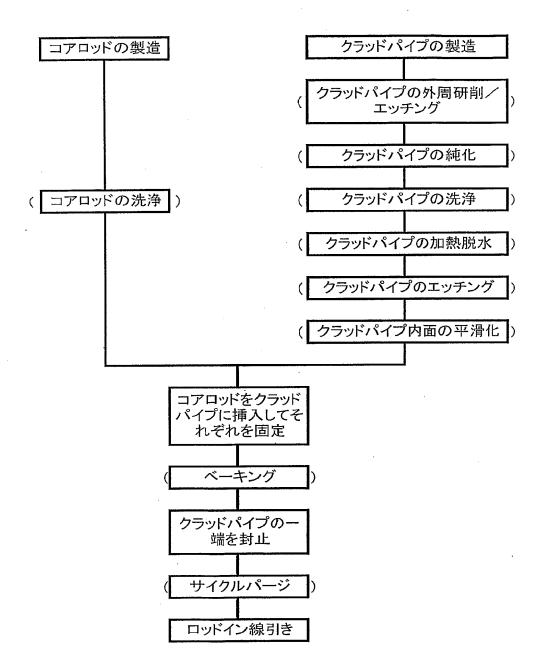


FIG. 2



3/23

FIG. 3

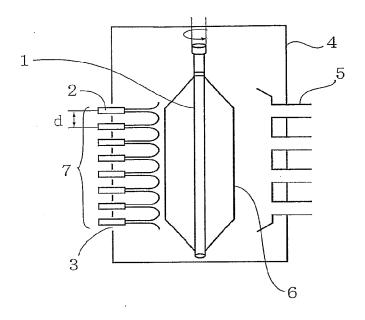
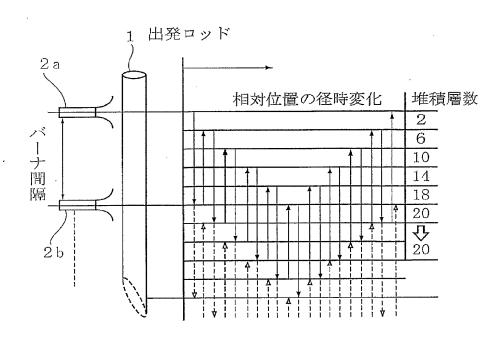


FIG. 4



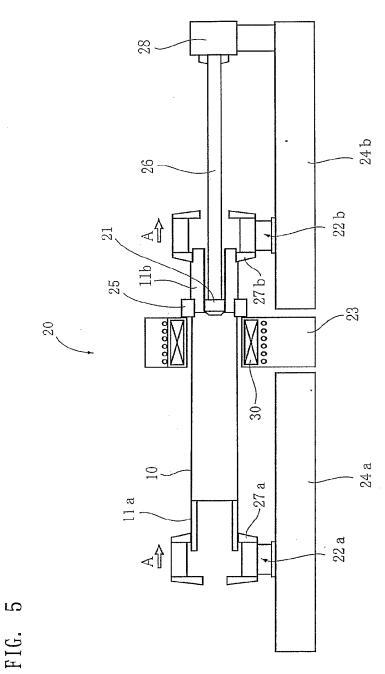
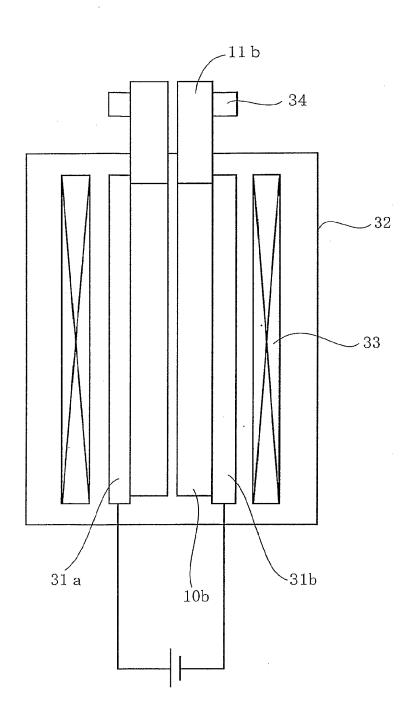


FIG. 6



6/23

FIG. 7a

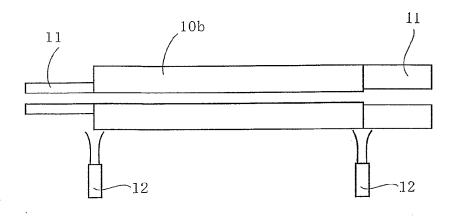


FIG. 7b

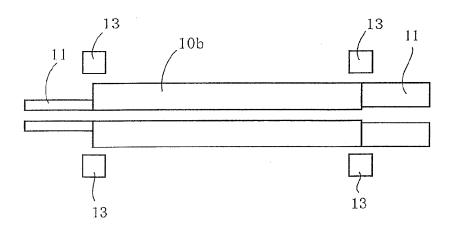


FIG. 8

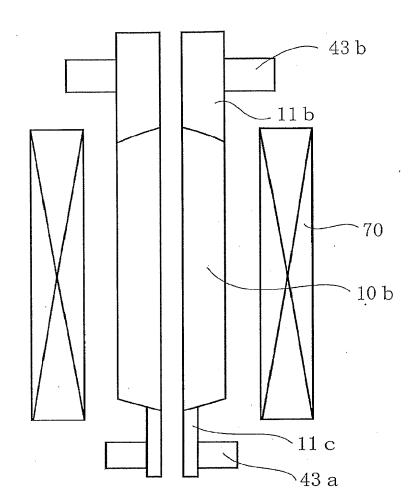


FIG. 9

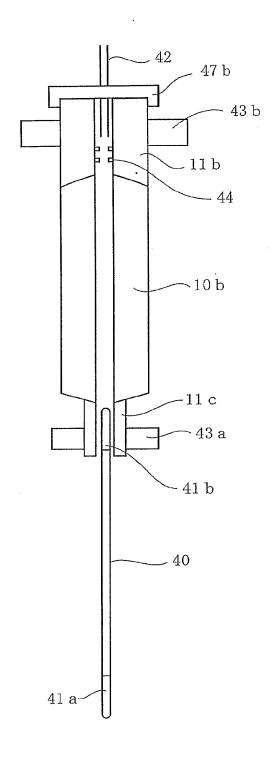
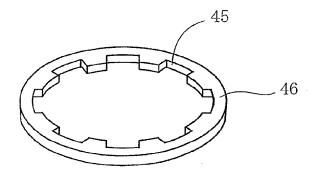
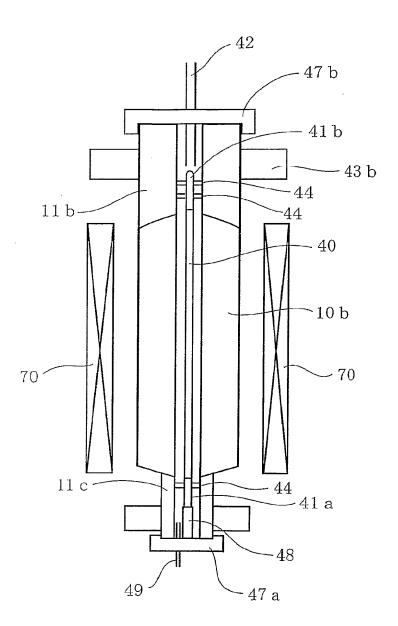


FIG. 10



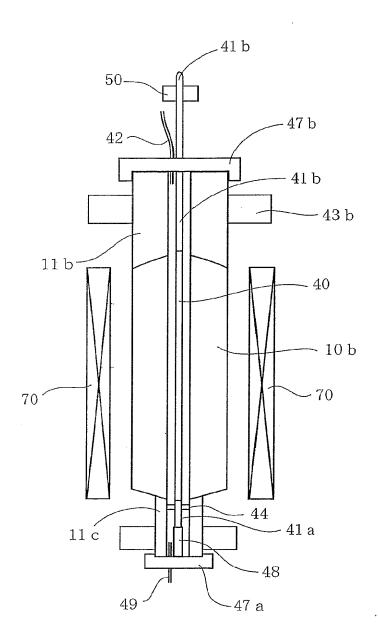
1 0/23

FIG. 11



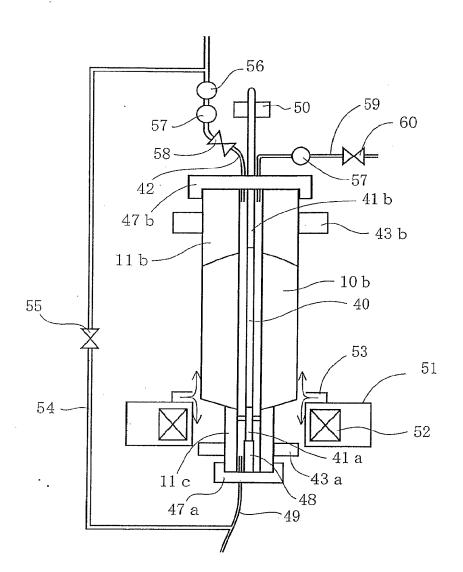
1 1/23

FIG. 12



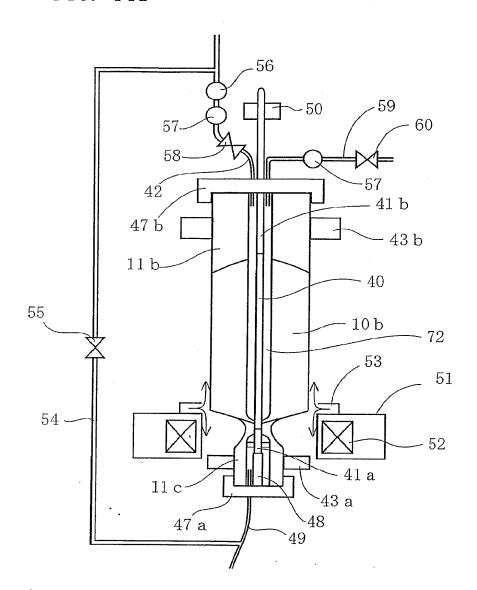
1 2/23

FIG. 13



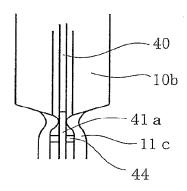
1 3/23

FIG. 14a



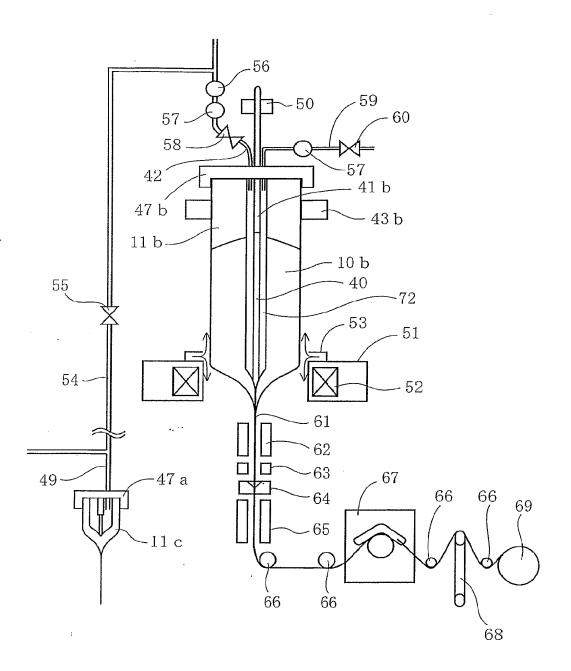
1 4/23

FIG. 14b



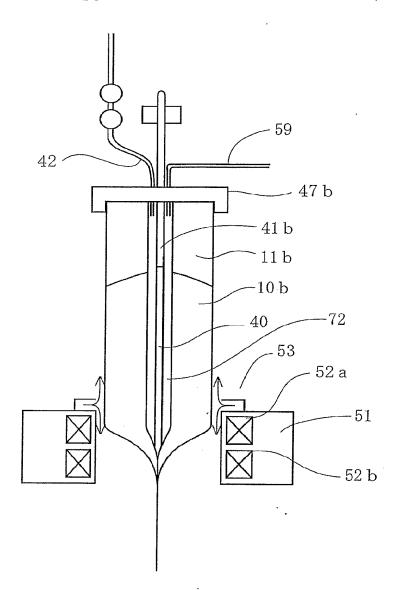
1 5/23

FIG. 15



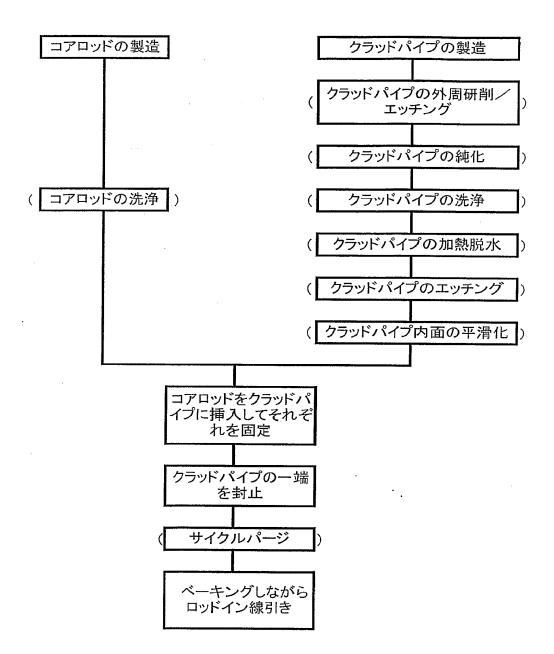
1 6/23

FIG. 16



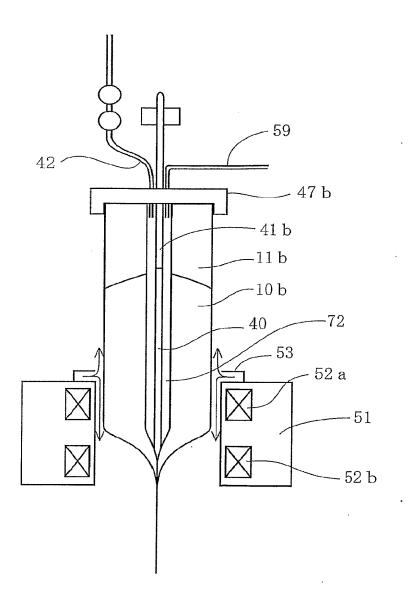
17/23

FIG. 17



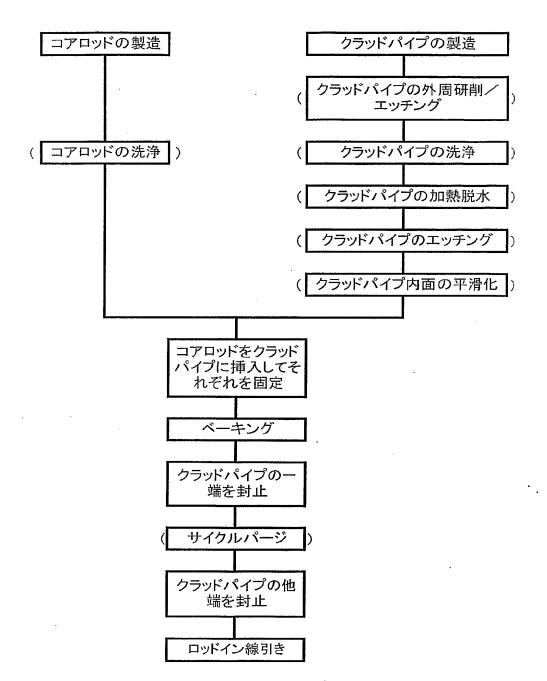
1 8/23

FIG. 18



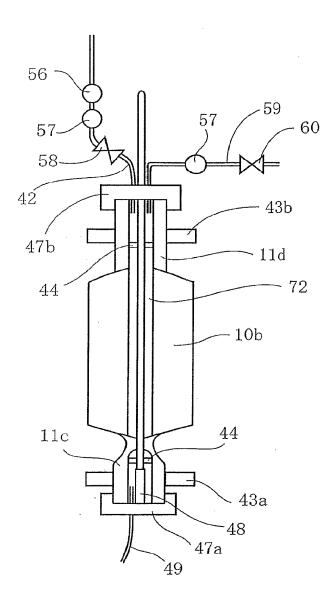
1 9/23

FIG. 19



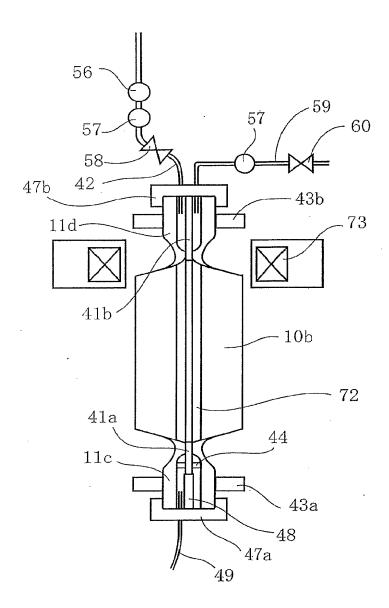
2 0/23

FIG. 20



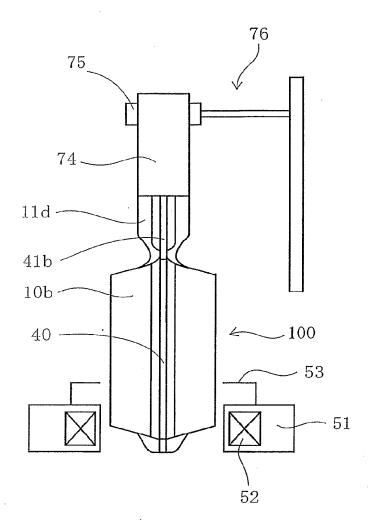
2 1/23

FIG. 21



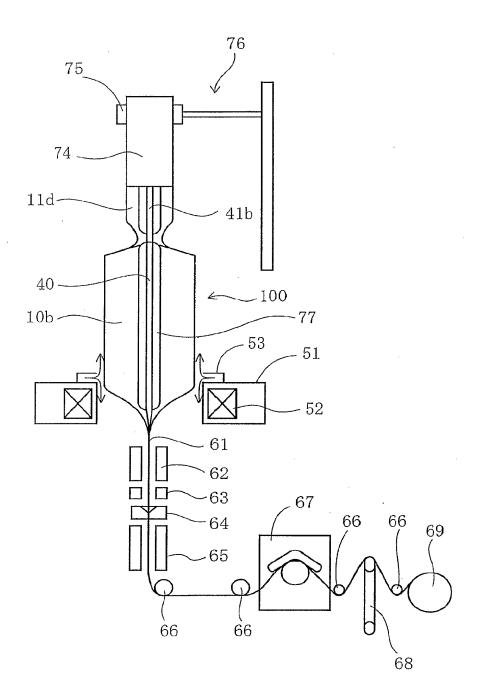
2 2/23

FIG. 22



2 3/23

FIG. 23



INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.
PCT/JP2004/007039

		PCI/UPA	2004/00/039
	CATION OF SUBJECT MATTER 7 C03B37/012, 37/023, 37/027,	G02B6/00	
According to Int	ternational Patent Classification (IPC) or to both nation	nal classification and IPC	
B. FIELDS SE			
Minimum docur	nentation searched (classification system followed by c	lassification symbols)	
THE CT	7 C03B37/012, 37/023, 37/027,	G02B6/00	
	·		
D			
	searched other than minimum documentation to the ext Shinan Koho 1922–1996 To	oroku Jitsuyo Shinan Koho	1994-2004
		itsuyo Shinan Toroku Koho	1996-2004
Electronic data l	pase consulted during the international search (name of	data hasa and whore practicable govern to	owng yang)
Electionic data t	base consumed during the international seaton (maine of	data base and, where practicable, search to	rms used)
C DOCUMEN	NTS CONSIDERED TO BE RELEVANT		
		•	<u> </u>
Category*	Citation of document, with indication, where a	ppropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
Y	JP 2003-112936 A (Sumitomo E	Electric	1-26
	Industries, Ltd.),		
	18 April, 2003 (18.04.03), Whole article		
•	(Family: none)		
	· .		
Y	JP 2003-48737 A (Sumitomo E)	Lectric	1-26
	Industries, Ltd.), 21 February, 2003 (21.02.03)		
	Whole article	,	
	(Family: none)		
	61 115100 - 1- 1-		
Y	JP 61-117126 A (Sumitomo Ele Industries, Ltd.),	ectric	1-26
	04 June, 1986 (04.06.86),		
	Whole article		
	& EP 182250 A1		
		· ·	
× Further do	ocuments are listed in the continuation of Box C.	See patent family annex.	
	gories of cited documents:		tional Cities data as wis it.
"A" document d	efining the general state of the art which is not considered	date and not in conflict with the applic	ation but cited to understand
-	icular relevance cation or patent but published on or after the international	the principle or theory underlying the in "X" document of particular relevance; the	
filing date	•	considered novel or cannot be considered	dered to involve an inventive
cited to esta	hich may throw doubts on priority claim(s) or which is ablish the publication date of another citation or other	step when the document is taken alone "Y" document of particular relevance; the c	
special reaso	on (as specified)	considered to involve an inventive	step when the document is
	ferring to an oral disclosure, use, exhibition or other means ablished prior to the international filing date but later than	combined with one or more other such being obvious to a person skilled in the	
the priority of		"&" document member of the same patent i	îamily
Date of the setue	l completion of the international search	Data of mailing of the internal	rah yan ayt
13 Sept	tember, 2004 (13.09.04)	Date of mailing of the international sear 28 September, 2004	
E -		1 2001	,,
Name and mailin	g address of the ISA/	Authorized officer	
	se Patent Office	Table of the state	
Foorimit-NI-		Tolonhono No	
Facsimile No. Form PCT/ISA/21	0 (second sheet) (January 2004)	Telephone No.	
	A CONTRACTOR OF THE CONTRACTOR		

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.
PCT/JP2004/007039

C (Continuation)	C (Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT					
Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.				
Y .	JP 2001-220164 A (Sumitomo Electric Industries, Ltd.), 14 August, 2001 (14.08.01), Whole article (Family: none)	1-26				
Y	JP 41-11071 B (American Optical Co.), 21 June, 1966 (21.06.66), Whole article	1-26				
		·				

発明の属する分野の分類(国際特許分類(IPC)) Α.

Int. Cl. 7 C03B37/012, 37/023, 37/027, G02B6/00

調査を行った分野

調査を行った最小限資料(国際特許分類(IPC))

Int. Cl. 7 C03B37/012, 37/023, 37/027, G02B6/00

最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの

日本国実用新案公報

1922-1996年

日本国公開実用新案公報

1971-2004年

日本国登録実用新案公報

1994-2004年

日本国実用新案登録公報 1996-2004年

国際調査で使用した電子データベース(データベースの名称、調査に使用した用語)

C. 関連すると認められる文献 関連する 引用文献の 請求の範囲の番号 引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示 カテゴリー* JP 2003-112936 A (住友電気工業株式会社), 20 1 - 26Y 03.04.18,全体(ファミリーなし) 1 - 26IP 2003-48737 A (住友電気工業株式会社), 200 \mathbf{Y} 3. 02. 21, 全体 (ファミリーなし) 1 - 26IP 61-117126 A (住友電気工業株式会社), 198 \mathbf{Y}

2001-220164 A (住友電気工業株式会社), 2 ·

6. 06. 04, 全体 & EP 182250 A1

× C欄の続きにも文献が列挙されている。

JΡ

* 引用文献のカテゴリー

Y

- 「A」特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示す もの
- 「E」国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日 以後に公表されたもの。
- 「L」優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行。 日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する 文献(理由を付す)
- 「O」口頭による開示、使用、展示等に言及する文献
- 「P」国際出願目前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願

- の日の後に公表された文献
- 「T」国際出願日又は優先日後に公表された文献であって 出願と矛盾するものではなく、発明の原理又は理論 の理解のために引用するもの

1 - 26

- 「X」特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明 の新規性又は進歩性がないと考えられるもの
- 「Y」特に関連のある文献であって、当該文献と他の1以 上の文献との、当業者にとって自明である組合せに よって進歩性がないと考えられるもの
- 「&」同一パテントファミリー文献

国際調査報告の発送日 国際調査を完了した日 28.09.2004 13.09.2004 特許庁審査官(権限のある職員) 8821 国際調査機関の名称及びあて先 日本国特許庁 (ISA/JP) 板谷 一弘 郵便番号100-8915 電話番号 03-3581-1101 内線 3464 東京都千代田区霞が関三丁目4番3号

C(続き).	関連すると認められる文献	
引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求の範囲の番号
	001.08.14,全体(ファミリーなし)	
Y	JP 41-11071 B (アメリカン、オプテイカル、コムパニー), 1966.06.21,全体	1 – 2 6
`		
,		
,		,